

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

SIÇRATMA YÖNTEMİYLE KOMPOZİT TiAlCrNbN KAPLI H13
ÇELİĞİNİN YAPISAL VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

DOKTORA TEZİ

Levent KARA

MAYIS 2015
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**

**Makine Mühendisliği Anabilim Dalında
Levent Kara tarafından hazırlanan**

**SIÇRATMA YÖNTEMİYLE KOMPOZİT TiAlCrNbN KAPLI H13 ÇELİĞİNİN
YAPISAL VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

**başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 28 /04/2015 gün ve 1600 sayılı
kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda
DOKTORA TEZİ
olarak kabul edilmiştir.**

Jüri Üyeleri

Başkan : Prof. Dr. Cemal MERAN

Üye : Prof. Dr. Hikmet ALTUN

Üye : Prof. Dr. Gençaga PÜRÇEK

Üye : Prof. Dr. Emin BACAKSIZ

Üye : Doç. Dr. Tefvik KÜÇÜKÖMEROĞLU



**Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ
Enstitü Müdürü**

ÖNSÖZ

Ticari alüminyum alaşımları yoğunluklarına göre dayanımlarının yüksek olması aynı zamanda korozyon dirençlerinin, ani darbelere karşı dayanıklılığının yüksek olması, işlenebilirliğinin yüksek, ısıyı ve elektriği iyi iletmesinden dolayı günümüzde pek çok endüstri alanında yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Alüminyum ürünü elde etmek için kullanılan yöntemlerin başında ekstrüzyon yöntemi gelmektedir. Alüminyum ürün elde etmek için kullanılan ekstrüzyon işlemlerinde karşılaşılan sorunların başında kalıp aşınması gelmektedir. Bu soruna kalıp tasarımında yapılan iyileştirmeler, ısıl işlem, nitrüleme ve kaplama işlemleriyle çözüm bulunmaya çalışılmıştır.

Bu çalışmada alüminyum alaşımlarının ekstrüzyon yöntemiyle imalatında kullanılan kalıplarda karşılaşılan aşınma sorunlarına çözüm üretebilmek için imalatçı firmalardan alınan hasarlı kalıplar incelenmiş ve yapılan literatür çalışmalarının ardından kalıpların aşınma ömürlerini artırmaya yönelik bir yüzey kaplama malzemesinin geliştirilmesine karar verilmiştir. Bu doğrultuda, kalıp ömrünü artırmaya dönük bir çözüm olarak geliştirilen kaplama malzemesinin yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri araştırılmıştır.

Bu çalışmanın başlangıcından sonuna kadar her aşamasında ilgi ve yönlendirmeleriyle katkıda bulunan danışman hocam Doç. Dr. Tefvik KÜÇÜKÖMEROĞLU'na teşekkürü bir borç bilirim. Ayrıca kaplama işlemlerinde ve karakterizasyon çalışmalarında yapmış olduğu yardımlarından dolayı ikinci danışmanım Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU'a teşekkür ederim. Deneysel çalışmalarındaki yardımlarından dolayı Yrd. Doç. Dr. Özlem BARANA'a, Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENOĞLUN'a ve Prof. Dr. Uğur KÖLEMEN'e teşekkür ederim.

Bu çalışma, 12182 kod numaralı proje çerçevesinde KTÜ Araştırma Fonu tarafından desteklenmiştir. Bu nedenle fon yetkililerine teşekkür ederim.

Tez çalışmam sürecinde gösterdiği sabır ve desteğinden dolayı annem, babam, kardeşlerim ve eşim Joanna KARA'ya çok teşekkür ederim

Levent Kara
Trabzon 2015

TEZ ETİK BEYANNAMESİ

Doktora Tezi olarak sunduđum “SIÇRATMA YÖNTEMİYLE KOMPOZİT TiAlCrNbN KAPLI H13 ÇELİĞİNİN YAPISALVE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI” başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Doç. Dr. Tefvik KÜÇÜKÖMEROĞLU’nun sorumluluğunda tamamladığımı, verileri/örnekleri kendim topladığımı, deneyleri/analizleri ilgili laboratuvarlarda yaptığımı/yaptırdığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.
15/05/2015

Levent KARA

İÇİNDEKİLER

| | <u>Sayfa No</u> |
|---|-----------------|
| ÖNSÖZ..... | III |
| TEZ ETİK BEYANNAMESİ..... | IV |
| İÇİNDEKİLER..... | V |
| ÖZET | VII |
| SUMMARY | VIII |
| ŞEKİLLER DİZİNİ | IX |
| TABLolar DİZİNİ..... | XIV |
| SEMBOLLER DİZİNİ | XVI |
| 1. GENEL BİLGİLER | 1 |
| 1.1. Giriş..... | 1 |
| 1.2. İnce Film Kaplamalar ve Kaplama Yapıları | 2 |
| 1.3. Endüstriyel Amaçlı İnce Film - Sert Kaplamalardaki Gelişmeler..... | 5 |
| 1.3.1. TiN Kaplamalar | 6 |
| 1.3.2. TiCN Kaplamalar..... | 6 |
| 1.3.3. TiAlN Kaplamalar | 7 |
| 1.3.4. TiAlSiN Kaplamalar | 8 |
| 1.3.5. TiAlVN Kaplamalar..... | 10 |
| 1.3.6. TiAlCrN Kaplamalar | 10 |
| 1.3.7. TiAlCrYN Kaplamalar..... | 11 |
| 1.4. Kaplama Üretiminde Kullanılan Yöntemler | 12 |
| 1.4.1. Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemleri | 12 |
| 1.4.1.1. Buharlaştırma | 13 |
| 1.4.1.2. Sıçratma | 14 |
| 1.4.1.2.1. Doğru Akım Diyot Sıçratma | 15 |
| 1.4.1.2.2. Doğru Akım Triyot Sıçratma | 16 |
| 1.4.1.2.3. Radyo Frekans Sıçratma | 16 |

| | | |
|------------|--|-----|
| 1.4.1.2.4. | Manyetik Alanda Sıçratma | 17 |
| 1.4.1.2.5. | Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma..... | 18 |
| 1.4.1.2.6. | Dengesiz Kapalı Alanda Manyetik Sıçratma..... | 18 |
| 1.4.1.2.7. | Darbeli Manyetik Alanda Sıçratma | 20 |
| 1.4.1.2.8. | Yüksek Güç Yoğunluklu Darbeli Manyetik Alanda Sıçratma | 23 |
| 1.5. | Çalışmanın Amacı ve Kapsamı..... | 24 |
| 2. | DENEYSEL ÇALIŞMALAR..... | 28 |
| 2.1. | Kaplama İşlemleri Öncesi Numunelerin Hazırlanması | 28 |
| 2.2. | Kaplama İşlemlerinde Kullanılan Yöntem | 28 |
| 2.3. | Kaplama İşlemleri İçin Deney Tasarımı | 29 |
| 2.4. | Kaplama İşlemleri..... | 31 |
| 2.5. | Sertlik Ölçümü | 35 |
| 2.6. | Yapısal İncelemeler | 35 |
| 2.7. | Adezyon Deneyleri | 36 |
| 2.8. | Sürtünme ve Aşınma Deneyleri | 36 |
| 3. | BULGULAR VE TARTIŞMA | 38 |
| 3.1. | Kaplamaların Yüzey Morfolojilerinin İncelenmesi | 38 |
| 3.2. | Kaplama Kesitlerinin İncelenmesi..... | 45 |
| 3.3. | EDS Analizi İncelemeleri | 54 |
| 3.4. | XRD İncelemeleri | 56 |
| 3.5. | Nanosertlik İncelemeleri..... | 62 |
| 3.6. | Adezyon Deneyleri İncelemeleri | 72 |
| 3.7. | Sürtünme ve Aşınma Deneyleri İncelemeleri | 83 |
| 4. | SONUÇLAR..... | 123 |
| 5. | ÖNERİLER..... | 125 |
| 6. | KAYNAKLAR | 126 |

ÖZGEÇMİŞ

Doktora Tezi

ÖZET

*SİÇRATMA YÖNTEMİYLE KOMPOZİT TiAlCrNbN KAPLI H13 ÇELİĞİNİN
YAPISAL VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI*

Levent KARA

Karadeniz Teknik Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Danışman: Doç. Dr. Tefvik KÜÇÜKÖMEROĞLU
İkinci Danışman Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU
2015, 139 Sayfa,

Bu tezde alüminyum alaşımlarının ekstrüzyon yöntemiyle imalatı işleminde yaygın bir şekilde kullanılmakta olan AISI H13 (X40CrMoV5-1) sıcak iş takım çelik malzemesinin aşınma direncinin artırılması için yüzeyine TiAlCrNbN malzemesi darbeli DC kapalı alan dengesiz manyetik ortamda sıçratma yöntemi kullanılarak kaplandı. Kaplama parametrelerinin en uygun hale getirilmesi için Taguchi $L_9(3^4)$ deney tasarım yöntemi kullanıldı. Darbe frekansı, görev zamanı, bias gerilimi ve çalışma basıncı değişken parametre olarak seçildi. Kaplamaların kalınlıkları ve morfolojik özellikleri taramalı elektron mikroskobu ile incelendi. Kaplamaların kristolografik özellikleri X ışını difraksiyonu ile kimyasal bileşimleri ise EDS analizi ile belirlendi. Kaplamaların sertlik ve elastik modülleri nanosertlik cihazı ile ölçüldü. Adezyon dayanımları ise çizik testi ile belirlendi. Kaplamaların sürtünme ve aşınma deneyleri ball on disc tribometre cihazıyla oda sıcaklığında ve 450°C sıcaklıkta gerçekleştirildi.

Sonuçlar TiAlCrNbN kaplama malzemesinin, taban malzeme olarak kullanılan AISI H13 çeliğinden daha yüksek sertliğe sahip olduğunu gösterdi. Yapılan istatistiki analizler sonucunda; kaplama kalınlığı, sertliği ve adezyon dayanımı üzerine çalışma basıncının dikkate değer bir etkiye sahip olduğu belirlendi. Ayrıca adezyon dayanımı, sertlik, elastik modül ve H^3/E^2 oranının kaplamaların oda sıcaklığında ve yüksek sıcaklıktaki aşınma dayanımını önemli derecede etkilediği belirlendi.

Anahtar Kelimeler: *TiAlCrNbN, Kaplama, Aşınma, Adezyon, Fiziksel Buhar Biriktirme*

PhD. Thesis

SUMMARY

THE INVESTIGATION OF STRUCTURAL AND TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF
COMPOSITE TiAlCrNbN COATED H13 STEEL WITH SPUTTERING METHOD

Levent KARA

Karadeniz Technical University
The Graduate School of Natural and Applied Sciences
Mechanical Engineering Graduate Program
Supervisor: Assoc. Prof. Tevfik KÜÇÜKÖMEROĞLU
Second supervisor: Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU
2015, 139 Pages,

In this thesis in order to increase wear resistance, the surface of heat treated AISI H13 (X40CrMoV5-1) hot work tool steel which is widely used in aluminum extrusion process as a mold material were coated with TiAlCrNbN coating material using pulsed DC closed field unbalanced magnetron sputtering method. Taguchi $L_9(3^4)$ experimental design method was used to obtain optimum deposition parameters. Pulsed frequency, duty time, bias voltage and working pressure were selected as variable parameters. The thickness and morphological properties of coatings were investigated using scanning electron microscopy. Crystallographic properties of TiAlCrNbN coatings were analyzed using X ray diffraction and chemical composition of coatings were determined with EDS analysis. Hardness and elastic modulus of coatings were measured using nanohardness tester. Adhesion strength of coatings were determined using scratch resistance tester. The friction and wear experiments of TiAlCrNbN coatings were performed using ball on disc tribometer under the room and 450°C temperature conditions.

Results showed that TiAlCrNbN coated samples have higher hardness than uncoated samples. As a result of statistical analysis, it was found that working pressure have considerable effect on the thickness, hardness, adhesion strength of coatings. Further it was determined that the adhesion strength, hardness, elastic module and H^3/E^2 ratio have significant influence on the wear resistance of coatings at room and elevated temperature.

Key Words: *TiAlCrNbN, Coating, Wear, Adhesion, Physical Vapor Deposition*

ŞEKİLLER DİZİNİ

| | <u>Sayfa No</u> |
|--|-----------------|
| Şekil 1. Movchan ve Demchishin yapısal bölge modeli [7, 11]..... | 4 |
| Şekil 2. Thornton tarafından geliştirilen yapısal bölge modeli [12]..... | 4 |
| Şekil 3. Sıçratma işleminin şematik gösterimi [60]..... | 15 |
| Şekil 4. Triyot sıçratma işleminin şematik gösterimi [60]. | 16 |
| Şekil 5. Kapalı alan dengesiz manyetik sıçratma sistemlerinin şematik resimleri; a) Aynalı, b) Kapalı alan [64]..... | 19 |
| Şekil 6. Geleneksel, dengesiz ve karşılıklı kapalı alan manyetik alanda sıçratmadaki manyetik çizgilerin ve plazma görünümünün karşılaştırılması [67]. | 20 |
| Şekil 7. Hedef gerilimlerin dalga formları..... | 22 |
| Şekil 8. a) Darbeli DC kapalı alan manyetik alanda sıçratma sisteminin fotoğrafı, b) Hedef malzemelerin yerleştiriliş biçimi | 33 |
| Şekil 9. TiAlCrNbN kaplamasının tasarım şekli | 34 |
| Şekil 10. Nano sertlik ölçüm cihazı..... | 35 |
| Şekil 11. Triboloji deney düzeneği..... | 37 |
| Şekil 12. R1 numunesinin SEM yüzey görünümü | 40 |
| Şekil 13. R2 numunesinin SEM yüzey görünümü | 41 |
| Şekil 14. R3 numunesinin SEM yüzey görünümü | 41 |
| Şekil 15. R4 numunesinin SEM yüzey görünümü | 42 |
| Şekil 16. R5 numunesinin SEM yüzey görünümü | 42 |
| Şekil 17. R6 numunesinin SEM yüzey görünümü | 43 |
| Şekil 18. R7 numunesinin SEM yüzey görünümü | 43 |
| Şekil 19. R8 numunesinin SEM yüzey görünümü | 44 |
| Şekil 20. R9 numunesinin SEM yüzey görünümü | 44 |

| | |
|---|----|
| Şekil 21. Kaplama parametrelerinin kaplama kalınlığına etkisi..... | 46 |
| Şekil 22. Kaplama kalınlığının çalışma basıncına göre değişimi..... | 48 |
| Şekil 23. R1 numunesinin kesit görünümü..... | 50 |
| Şekil 24. R2 numunesinin kesit görünümü..... | 50 |
| Şekil 25. R3 numunesinin kesit görünümü..... | 51 |
| Şekil 26. R4 numunesinin kesit görünümü..... | 51 |
| Şekil 27. R5 numunesinin kesit görünümü..... | 52 |
| Şekil 28. R6 numunesinin kesit görünümü..... | 52 |
| Şekil 29. R7 numunesinin kesit görünümü..... | 53 |
| Şekil 30. R8 numunesinin kesit görünümü..... | 53 |
| Şekil 31. R9 numunesinin kesit görünümü..... | 54 |
| Şekil 32. R1 numunesinin XRD sonucu..... | 57 |
| Şekil 33. R2 numunesinin XRD sonucu..... | 57 |
| Şekil 34. R3 numunesinin XRD sonucu..... | 58 |
| Şekil 35. R4 numunesinin XRD sonucu..... | 58 |
| Şekil 36. R5 numunesinin XRD sonucu..... | 59 |
| Şekil 37. R6 numunesinin XRD sonucu..... | 59 |
| Şekil 38. R7 numunesinin XRD sonucu..... | 60 |
| Şekil 39. R8 numunesinin XRD sonucu..... | 60 |
| Şekil 40. R9 numunesinin XRD sonucu..... | 61 |
| Şekil 41. Kaplama parametrelerinin nanosertlik değerlerine etkisi..... | 64 |
| Şekil 42. Kaplama parametrelerinin kaplamanın elastiklik modülüne etkisi | 66 |
| Şekil 43. Nanosertlik değerinin çalışma basıncı ve frekans değerlerine göre değişimi | 68 |
| Şekil 44. Elastik modülü değerinin çalışma basıncı ve darbe frekansı değerlerine göre değişimi..... | 68 |

| | |
|--|----|
| Şekil 45. Kaplama parametrelerinin kaplamanın H^3/E^2 oranlarına etkisi | 71 |
| Şekil 46. Kaplama parametrelerinin L_{c2} değerlerine etkisi | 74 |
| Şekil 47. Çalışma basıncına göre L_{c2} değerinin değişimi | 76 |
| Şekil 48. R1 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü | 79 |
| Şekil 49. R2 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü | 79 |
| Şekil 50. R3 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü | 80 |
| Şekil 51. R4 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü | 80 |
| Şekil 52. R5 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü | 81 |
| Şekil 53. R6 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü | 81 |
| Şekil 54. R7 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü | 82 |
| Şekil 55. R8 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü | 82 |
| Şekil 56. R9 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü | 83 |
| Şekil 57. Oda sıcaklığında R1, R2 ve R3 numunelerinin sürtünme katsayısı eğrileri | 84 |
| Şekil 58. Oda sıcaklığında R4, R5 ve R6 numunelerinin sürtünme katsayısı eğrileri | 84 |
| Şekil 59. Oda sıcaklığında R7, R8 ve R9 numunelerinin sürtünme katsayısı eğrileri | 85 |
| Şekil 60. Oda sıcaklığında bütün numunelerin sürtünme katsayısı eğrileri | 85 |
| Şekil 61. Kaplama parametrelerinin oda sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin S/N oranlarına etkisi | 86 |
| Şekil 62. Kaplama parametrelerinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma oranı değerlerine etkisi | 89 |
| Şekil 63. R1 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü..... | 93 |
| Şekil 64. R2 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü..... | 94 |
| Şekil 65. R3 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü..... | 94 |
| Şekil 66. R4 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü..... | 94 |
| Şekil 67. R5 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü..... | 95 |

| | |
|--|-----|
| Şekil 68. R6 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü..... | 95 |
| Şekil 69. R7 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü..... | 96 |
| Şekil 70. R8 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü..... | 96 |
| Şekil 71. R9 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü..... | 97 |
| Şekil 72. R1 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı..... | 97 |
| Şekil 73. R2 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı..... | 98 |
| Şekil 74. R3 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı..... | 98 |
| Şekil 75. R4 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı..... | 99 |
| Şekil 76. R5 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı..... | 99 |
| Şekil 77. R6 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı..... | 100 |
| Şekil 78. R7 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı..... | 100 |
| Şekil 79. R8 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı..... | 101 |
| Şekil 80. R9 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı..... | 101 |
| Şekil 81. 450° C sıcaklık ortamında R1, R2 ve R3 numunelerinden elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri | 102 |
| Şekil 82. 450° C sıcaklık ortamında R4, R5 ve R6 numunelerinden elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri | 103 |
| Şekil 83. 450° C sıcaklık ortamında R7, R8 ve R9 numunelerinden elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri | 103 |
| Şekil 84. Bütün numunelerin 450°C gerçekleştirilen sürtünme ve aşınma deneylerinden elde edilen sürtünme katsayısı grafiği | 104 |
| Şekil 85. Kaplama parametrelerinin 450°C ortam sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etkisi | 105 |
| Şekil 86. 450°C ortam sıcaklığında yapılan deneylerden elde edilen sürtünme katsayısının bias gerilimine göre değişimi | 107 |
| Şekil 87. Kaplama parametrelerinin 450°C’de yapılan deneylerden elde edilen aşınma oranı değerlerine etkisi | 108 |
| Şekil 88. R1 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü | 112 |

| | |
|---|-----|
| Şekil 89. R2 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü | 112 |
| Şekil 90. R3 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü | 113 |
| Şekil 91. R4 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü | 113 |
| Şekil 92. R5 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü | 114 |
| Şekil 93. R6 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü | 114 |
| Şekil 94. R7 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü | 115 |
| Şekil 95. R8 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü | 115 |
| Şekil 96. R9 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü | 116 |
| Şekil 97. R1 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü | 116 |
| Şekil 98. R2 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü | 117 |
| Şekil 99. R3 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü | 117 |
| Şekil 100. R4 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü | 118 |
| Şekil 101. R5 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü | 118 |
| Şekil 102. R6 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü | 119 |
| Şekil 103. R7 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü | 119 |
| Şekil 104. R8 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü | 120 |
| Şekil 105. R9 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü | 120 |

TABLolar DİZİNİ

| | <u>Sayfa No</u> |
|--|-----------------|
| Tablo 1. Sıcak iş takım çeliklerinin maruz kaldığı zorlanmalar [81]. | 25 |
| Tablo 2. TiAlCrNbN dereceli kompozit film kaplama parametreleri | 32 |
| Tablo 3. Tribolojik deney parametreleri | 37 |
| Tablo 4. Kaplama kalınlıkları Sonuçları | 45 |
| Tablo 5. Kaplama kalınlığı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği | 46 |
| Tablo 6. Kaplama kalınlıkları için parametrelerin ANOVA sonuçları | 47 |
| Tablo 7. EDS Analizi Sonuçları | 55 |
| Tablo 8. Nanosertlik, indirgenmiş elastik modülü ve H^3/E^2 oranı değerleri | 63 |
| Tablo 9. Nanosertlik değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği | 65 |
| Tablo 10. Nanosertlik değerleri için ANOVA tablosu | 65 |
| Tablo 11. Kaplamanın elastik modülü değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği | 66 |
| Tablo 12. Elastik modülü değerleri için ANOVA tablosu | 67 |
| Tablo 13. Kaplamanın H^3/E^2 oranına etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği | 71 |
| Tablo 14. Kaplamanın H^3/E^2 oranı için ANOVA tablosu | 72 |
| Tablo 15. Kaplamaların ortalama adezyon testi sonuçları | 73 |
| Tablo 16. Lc_2 değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği | 74 |
| Tablo 17. Lc_2 değerleri için ANOVA tablosu | 75 |
| Tablo 18. Oda sıcaklıkta elde edilen ortalama sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerleri | 86 |

| | |
|---|-----|
| Tablo 19. Oda sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği..... | 87 |
| Tablo 20. Oda sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin ANOVA tablosu | 87 |
| Tablo 21. Oda sıcaklığında elde edilen aşınma oranı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği | 90 |
| Tablo 22. Oda sıcaklığındaki aşınma oranı değerlerinin ANOVA tablosu..... | 90 |
| Tablo 23. 450°C ortam sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerleri | 104 |
| Tablo 24. 450°C ortam sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği..... | 105 |
| Tablo 25. 450°C ortam sıcaklığında elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerlerinin ANOVA tablosu | 106 |
| Tablo 26. 450°C’de elde edilen aşınma oranı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği | 108 |
| Tablo 27. 450°C ortam sıcaklığındaki aşınma oranı değerlerinin ANOVA tablosu..... | 109 |

SEMBOLLER DİZİNİ

| | |
|----------|--|
| CFUBMS | : Closed Field Unbalanced Magnetron Sputtering |
| DC | : Doğru Akım |
| EDS | : Enerji Dağılım Spektrometresi |
| FBB | : Fiziksel Buhar Biriktirme |
| JCPDS | : Joint Committe on Powder Diffraction Standards |
| KBB | : Kimyasal Buhar Biriktirme |
| OP | : Optik Profilometre |
| PVD | : Physical Vapour Deposition |
| SEM | : Scanning Electron Microscopy |
| SS | : Stainless Steel, |
| XRD | : X-ışını difraksiyonu |
| A | : Akım Birimi, Amper |
| F | : Kuvvet |
| E | : Elastik Modül |
| H | : Sertlik |
| F_N | : Normal Yük |
| L_c | : Kritik Yük |
| P_y | : Akma Basıncı |
| r | : Temas Küresi Çapı |
| S | : Aşınma Mesafesi |
| T_s | : Taban Malzeme Sıcaklığı |
| T_m | : Kaplama Ergime Sıcaklığı |
| V | : Gerilim, Volt |
| v | : Kayma Hızı |
| W | : Aşınma Oranı |
| W_V | : Aşınma Hacmi |
| μ | : Sürtünme Katsayısı |
| θ | : Kırınım Açısı |
| μs | : Mikrosaniye |
| μm | : Mikrometre |

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Pek çok endüstriyel uygulamada kullanılan makine elemanlarının birbirleriyle temas halinde çalışan yüzeyleri kimyasal ve mekanik zorlanmalar nedeniyle zamanla hasara uğramaktadır. Bu durum makine elemanlarının çalışma performanslarını olumsuz yönde etkileyip, sistemin çalışma verimini azaltmakta ve bazen önlenemez kazalara sebebiyet verebilmektedir. Yapılan araştırmalarda, meydana gelen bu hasarların oluşum nedenleri arasında sürtünme ve aşınmanın önemli bir rol oynadığı ifade edilmektedir [1, 2].

Sürtünme tarih boyunca insanlığın çok önem verdiği bir kavramdır. Birbirine göre izafi hareket halindeki yüzeylerdeki sürtünmeyi azaltmak için yağlayıcı olarak önceleri su, daha sonra doğal yağlar kullanılmıştır [3]. Tarihin başlangıcından günümüze kadar, bu alanda pek çok araştırmalar yapılmış olup her geçen yıl bu alanlardaki araştırmalar artarak devam etmektedir. Yapılan istatistikî çalışmalarda, Dünya’da kullanılan enerji kaynaklarının yaklaşık üçte birinin birbirleriyle etkileşim halindeki makine elemanlarının arasında oluşan sürtünmeyi karşılamak için harcandığı tahmin edilmektedir [1]. Makine arızaları üzerinde yapılan çeşitli analizlerde, oluşan hasar durumlarının büyük çoğunluğu birbiriyle etkileşim halinde bulunan, dişli çarklar, yataklar, kavramalar, hareketli sızdırmazlık elemanları, balatalar ve bunun gibi parçalarda meydana gelen tribolojik reaksiyonlardan oluştuğunu göstermiştir. İfade edilen nedenlerden dolayı, 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.

Geçmişten günümüze uygulama alanlarındaki sürtünme ve aşınmanın kontrol edilebilmesi hususunda, tasarım esaslı değişiklikler yapıp, yeni malzemeler geliştirilip, 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 [2, 4, 5]. Bu hususta tekerleğin icadı, Mısır Piramitlerinin inşasında kullanılan sistemler, karakteristik örnekler olarak verilebilir [2]. Bununla beraber triboloji alanında yapılmakta olunan bilimsel

araştırmalara temel olan çalışmaların ancak 15. yüzyılın sonlarına doğru Leonardo da Vinci ve daha sonraları Amonton tarafından yapıldığı düşünülmektedir [1]. Ancak, sürtünme ve aşınmanın anlaşılması, yani bu kavramların altlarında yatan temel mekanizmaların açıklanması hususu günümüzde hala gizemini korumaktadır. Bu kavramlar son zamanlarda ileri düzeydeki inceleme cihazlarının geliştirilmeleriyle daha iyi anlaşılmaya başlanmıştır.

Yukarıda bahsedilen hasarlara neden olan aşınma; tribolojik reaksiyonlar sonucunda temas halindeki malzeme yüzeylerinde meydana gelen istenilmeyen malzeme kayıpları olarak tanımlanmaktadır. Aşınma malzeme kaybının artmasına ve mekanik performansın azalmasına neden olan büyük bir etkidir. Sürtünme ise izafi hareket halindeki yüzeylerin birbirlerinin hareketine karşı oluşturdukları dirençtir. Sürtünme; aşınmanın ve enerji kaybının önemli bir nedenidir. Aşınma ve sürtünme miktarının azaltılmasında yapılacak çok küçük bir iyileştirme dikkate değer bir enerji ve malzeme tasarrufu sağlayabilir.

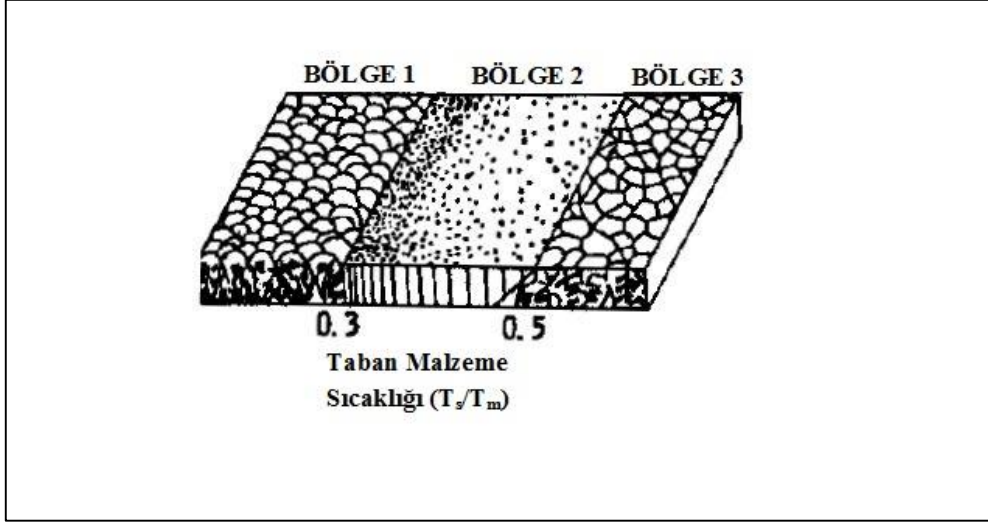
İzafi hareket halinde çalışan makine elemanlarında sürtünme ve aşınmayı azaltmak için sıvı yağlayıcılar kullanılmaktadır. Ancak sıvı yağlayıcılar bazı koşullarda yetersiz kalmaktadır. Örneğin çok yüksek ya da çok düşük sıcaklıklarda, vakum ortamlarında, radyoaktif ışımının bulunduğu ortamlarda ya da temas basıncının çok yüksek olduğu koşullarda, kirlenme ve yapısal bozulma gibi nedenlerden dolayı sıvı yağlayıcılar istenilen koşulları sağlayamamaktadır. Bu gibi durumlarda sürtünme ve aşınmayı azaltmak için, malzemelerin yüzey özelliklerinin değiştirilmesine olanak sağlayan kaplamaların kullanılması alternatif bir yöntem olarak karşımıza çıkmaktadır [3]. Yapılan çalışmalar uygun kaplama yöntemlerinin ve kaplama malzemelerinin belirlenmesiyle pek çok endüstriyel alanda kullanılan malzemelerin kullanım ömürleri dikkate değer şekilde arttığını göstermiştir [1, 6-9].

1.2. İnce Film Kaplamalar ve Kaplama Yapıları

İnce film kaplama, bir malzemenin başlıca sürtünme, aşınma, korozyon, optik, dekoratif, elektrik ve ısı özelliklerinin iyileştirilmesi için malzemenin tamamına ya da belirli bir bölgesine, uygun bir metot kullanılarak gerçekleştirilen bir yüzey işlemidir. İnce film kaplamaların yapıları çekirdeklenme mekanizmalarıyla kontrol edilir. Kaplamaların çekirdeklenme mekanizmalarını; kaplama malzemeleri, büyüyen film üzerine gelen parçacıkların (iyon, nötron gibi) miktarı ve bu parçacıkların enerjileri, taban malzeme sıcaklığı, taban malzeme cinsi, yüzeyin kristalografik yapısı gibi pek çok faktörlerden

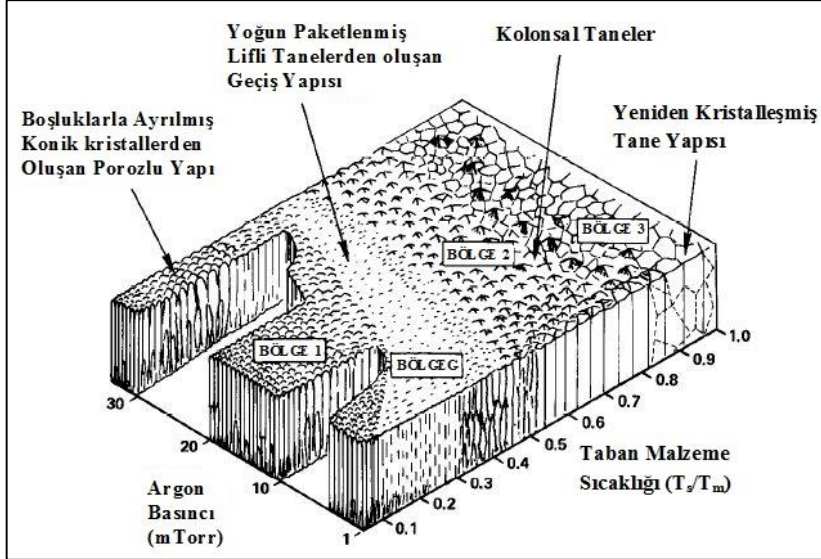
etkilenmektedir [10]. İnce film kaplamada başlıca üç film büyüme modeli vardır. Bu modeller: ada büyümesi (Volver-Weber), tabaka büyümesi (Frank-van der Merwe) ve ilk iki büyümenin kombinasyonu olan Stranski-Krastanow (S-K) modelleridir [10]. Volmer-Weber büyümesinde adatomların (absorbe olmuş atom) birbirleriyle bağlanmalarının taban malzemeyle bağlanmasından daha kuvvetli olduğu durumlarda meydana gelmektedir. Frank-van der Merwe büyümesi ise adatomların birbirleriyle bağlanmalarının kuvveti taban malzemeyle bağlanmaları için gerekli kuvvete eşit ya da daha düşük olduğu durumlarda gerçekleşmektedir. 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 oluşmaktadır. Bu modelde 2 boyuttan 3 boyuta geçme elastik şekil değiştirme enerjisi tarafından sağlanmaktadır [10]. Geçiş, eklenecek tabakaların meydana getirdiği toplam elastik şekil değişim enerjisinin 3 boyutlu ada oluşturmak için gerekli yüzey enerjisinden daha büyük olduğu durumlarda olur [10].

Kaplamaların sahip olduğu özellikler kaplamaların başlıca mikro yapılarına bağlıdır. Kaplamaların mikro yapılarının kaplama parametreleriyle ilişkilerini ortaya koymak için günümüze kadar pek çok sayıda çalışma yapılmıştır. Bu amaçla yapısal bölge modelleri geliştirilmiştir. Filmlerin yapılarını açıklamak için ilk model Movchan ve Demchishin tarafından geliştirilmiştir [7, 11]. Şekil 1’de gösterildiği gibi bu modelde taban malzeme sıcaklığının ve film kalınlığının filmin yapısına etkisi modellenmiştir. Bu modele göre kaplamaların genel olarak yapısı taban malzeme sıcaklığına bağlı olarak 3 bölge ile açıklanmaktadır. Bölge 1 ($T_s/T_m < 0,25-0,3$) sıcaklıkla genişliği artan kubbeli konik kristallerden oluşmaktadır. Bu bölgede kaplama sıcaklığının çok düşük olmasından dolayı adatomların difüzyonu ihmal edilebilir mertebededir. Bölge 2 ($0,25-0,3 < T_s/T_m < 0,45$) kolonlu tanelerden oluşan düzgün mat bir yüzeye sahiptir. Bu bölgede yüzey difüzyonu etkin hale gelmektedir. Bölge 3 ($T_s/T_m > 0,45$) eş eksenli tanelerden oluşmaktadır.



Şekil 1. Movchan ve Demchishin yapısal bölge modeli [7, 11].

Movchan ve Demchishin tarafından önerilen model daha sonra Thornton tarafından Şekil 2'deki gibi geliştirilmiştir [12]. Thornton'un geliştirdiği modelde Bölge 1 ve Bölge 2 arasında Bölge G yapısı eklemiştir. Bölge G yapısı yoğun paketlenmiş lifli tanelerden oluşmaktadır. Bölge 3'de hacimsel difüzyon önemli hale gelmektedir. Bu gölgede hacimsel difüzyon yeniden kristalleşme, tane büyümesi ve yoğunlaşmaya neden olur.



Şekil 2. Thornton tarafından geliştirilen yapısal bölge modeli [12].

1.3. Endüstriyel Amaçlı İnce Film - Sert Kaplamalardaki Gelişmeler

Endüstriyel uygulamalarda karşılaşılan çeşitli teknolojik sorunların aşılabilmesi amacı ile ince kaplama tekniği etkin bir şekilde kullanılmaktadır. Bu kaplamalar yüzeylerin sürtünme, aşınma ve korozyon direncini arttırmak, optik ve dekoratif amaçlı olarak kullanılmaktadır. Literatürde yatakların, kesme takımlarının ya da kalıpların yüzeylerine uygun koruyucu bir kaplama uygulandığında bu malzemelerin tribolojik ömürlerinin dikkate değer bir şekilde arttığı ifade edilmiştir [13-15].

Kaplamaların sertlik değerlerinin ve yüzeye tutunma kabiliyetlerinin yüksek olması için düşük iç gerilmelere sahip olmaları istenir. Geleneksel olarak, sert kaplamalar iyi tribolojik özelliklere sahip ve mekanik anlamda yüksek sertliğe sahip kaplamalar olarak tanımlanır. Sanayide uygulanan ilk kaplamalar genelde metal kesme ve metal şekil verme takımlarında kullanılmıştır. Bunun nedeni o zamanlarda kullanılan yöntemlerin proses sıcaklıklarının yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Dolayısıyla bu yöntemin kullanılabilmesi için yüksek sıcaklıktan etkilenmeyen taban malzemelerin kullanılma zorunluluğu vardı. Ancak bu durum daha sonra proses sıcaklığı daha düşük yöntemlerin geliştirilmesiyle beraber büyük ölçüde aşılmış ve pek çok farklı uygulama alanında kaplamaların kullanılmasına olanak sağlamıştır.

Genel olarak sert kaplamalar, sürtünme ve aşınma performansının belirlenmesinde taban malzemenin rol oynayabileceği kalınlığa sahip kaplamalar olarak ifade edilirler [7, 8]. Bu kabule göre kaplama kalınlıkları genel olarak 0,01-10µm arasında değişmektedirler. Malzeme yüzeylerine uygulanan sert kaplamalar, uygun kaplama parametrelerinin seçimiyle beraber önemli derecede aşınma direncini arttırmakta ve sürtünme katsayısı da çok düşük seviyelere düşürülebilmektedir. Bu doğrultuda, günümüze kadar pek çok ikili (TiN, CrN... vb), üçlü (TiAlN, TiCrN... vb), tek tabakalı, çok tabakalı kaplama uygulamaları geliştirilmiştir. Bu kapsamda özellikle geçiş metallerin nitürleri pek çok alanda ticari olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadırlar. Geçiş metallerin nitürleri kovalent, metalik ve iyonik bağlarının karışımını içerir ve bu bağ yapısı yüksek sertlik ve aşınma direnci, kimyasal kararlılık, iyi elektriksel iletkenlik ve süper iletkenlik gibi özelliklerin gelişmesine katkıda bulunur. Metal nitürler, kesme takımları üzerinde aşınmaya dirençli kaplama olarak, mimari cam üzerinde seçici geçirgen kaplama olarak ve entegre devrelerinde difüzyon bariyeri olarak kullanılmaktadırlar [16]. Sert kaplama olarak tarif edilen tabakalar oksit, karbür, nitür, seramik ve elmas tipi yarı kararlı malzemelerden oluşan bileşiklerdir. Bu bileşiklerin

özellikleri; kimyasal bileşim, mikro yapı, yapısal kusurlar ve kaplama esnasındaki tercihli yönelmeler tarafından belirlenmektedir [7].

1.3.1. TiN Kaplamalar

Genel olarak TiN kaplamalar, paslanmaz çelikler, dökme demirler ve alüminyum alaşımlarının işlenmesinde ekstrüzyon, enjeksiyon ve kesme kalıplarda, şekil verme takımlarında kullanılmaktadırlar. Ayrıca sahip olduğu altın renginden dolayı dekoratif amaçlı kullanıldığı pek çok alan mevcuttur.

Kuru ortamda yapılan aşınma deneylerinde TiN kaplamaların aşınma miktarlarının artan yük ile birlikte arttığı rapor edilmiştir [17].

Yüksek sıcaklık uygulamalarında ise bu kaplamaların genellikle oksitlenme davranışlarının iyi olmamasından dolayı kullanılmaları yaygın değildir. Bu nedenle bu kaplamalara çeşitli elementler eklenerek oksitlenme direnci artırılmaya çalışılmıştır. Yapılan bir çalışmada TiN kaplamaların düşük sıcaklıklarda ve düşük kayma hızlarında aşınma miktarlarının düşük olduğu, 450°C'in üzerindeki sıcaklıklarda ise çok çabuk bir şekilde hasara uğradığı ifade edilmiştir [18].

TiN kaplamasının kavitasyon erozyon direncinin incelendiği bir çalışmada kaplama uygulanmış numunelerin kaplama uygulanmamış numunelere göre kavitasyon dirençlerinin arttığı rapor edilmiştir [19].

1.3.2. TiCN Kaplamalar

TiCN kaplaması TiN'den daha sert ve daha düşük sürtünme katsayısına sahip olmasına rağmen, TiN'ün kullanıldığı her uygulama için kullanılamamaktadır. Sadece kesmede, delgeçte, orta sıcaklıklardaki aşınma uygulamalarında tavsiye edilmektedir. Başarılı uygulamaları; frezeler, raybalar, matkaplar ve musluklardır. Ayrıca alaşımlı çelikler, paslanmaz çelikler, zımbalar ve kesme kalıplar içinde kullanılabilirler.

Yapılan bir çalışmada WC disk yüzeyine kaplanan CrN, TiCN ve TiAlN kaplamalar su içerisinde SiC bilyelere karşı aşındırılmıştır. Çalışma sonucunda en düşük sürtünme katsayısı 0,076 ile CrN/SiC çifti ile elde edilirken en düşük aşınma oranı TiCN ile elde edilmiştir [20].

Başka bir çalışmada yüzeyi nitrürlenmiş ve TiCN kaplanmış AISI H13 çeliğinin yüzey mikro sertliğinde ve aşınma ömründe dikkate değer artış olduğu ifade edilmiştir [21]. Yapılan bir diğer çalışmada yüksek karbon oranının TiCN'ün ömrünü dikkate değer bir şekilde artırdığı ifade edilmiştir [22]. TiCN sahip olduğu iyi aşınma direnci, yüksek sertlik, iyi ısıl iletkenlik ve korozyon direnci nedeniyle biyomalzeme olarak kullanımı ile ilgili de araştırmalar yoğun olarak yapılmaktadır [23]. Dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi kullanılarak kaplanan TiCN'ün tribolojik özelliklerinin sıcaklığa önemli derecede bağlı olduğu ifade edilerek, sıcaklığın artmasıyla beraber sürtünme katsayısının ve aşınma miktarının arttığı rapor edilmiştir [24]. Yapılan bir çalışmada TiCN kaplanmış M2 çeliğinin kaplanmamış haline göre daha düşük abrazyon aşınma davranışı sergilediği ifade edilmiştir [25]. Aynı çalışmada genel olarak TiAlN, TiCN'den daha iyi tribolojik performans sergilediği ifade edilmiştir [25].

Chen ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada doğru akım reaktif manyetik alanda sıçratma yöntemiyle TiCN kaplaması nanokompozit olarak Si (100) taban malzemesi üzerine kaplanmıştır. Yapılan incelemeler sonucunda, kaplama işlemi esnasında nitrojen akışının artışının kaplamanın sertliğini, aşınma direncini ve tokluk değerini iyileştirdiği ifade edilmiştir [26].

Senna ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada TiCN kaplaması yüksek hız çeliği olan M2 ve orta karbonlu çelik üzerine reaktif manyetik alanda sıçratma yöntemiyle kaplanmıştır. Yapılan karakterizasyon işlemleri sonucunda taban malzeme bias geriliminin artmasının kaplamanın kimyasal yapısını değiştirdiği, yüksek karbon oranının kaplamanın sertlik ve adezyon direncini artırırken, korozyon direncini azalttığı ifade edilmiştir [27].

1.3.3. TiAlN Kaplamalar

TiAlN kaplamalar pek çok uygulamada TiN kaplamaların yerini almışlardır. Bu kaplamalarda yüksek sertlik değerine sahip TiN fazı aşınma direncini artırırken, yumuşak faz olan AlN sürtünme katsayısının düşük olmasını sağlar [28]. TiAlN kaplamasının rengi Ti:Al oranına bağlı olarak siyahtan bronzla doğru değişmektedir. TiAlN kaplı malzemeler pek çok imalat uygulamalarında yüksek bir performans sergiler. Bu performans TiN yapısına eklenen alüminyuma bağlı olarak oluşan alüminyum oksit tabakasıyla ilgilidir. TiAlN kaplamalar hava ortamında ısıtıldığında kaplamanın yüzeyinde amorf bir alüminyum oksit tabakası oluşmakta, oluşan oksit tabaka kaplamanın daha fazla oksitlenmesini

engellemektedir [29]. Pek çok yüksek hız tornalama işleminde kullanılan takımlara uygulanmış TiAlN kaplamalar, yüzeyde oluşan amorf alüminyum oksit tabakası sayesinde TiN ve TiCN kaplamalarıyla karşılaştırıldıklarında daha iyi performans sergilediğinden dolayı bu alanlarda yaygın bir şekilde kullanılmaktadırlar.

Ramadoss ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada TiAlN kaplamalarının değişik karşı yüzeyler ile gerçekleştirdikleri triboloji deneylerinden en yüksek sürtünme katsayısını Al₂O₃ karşı yüzeyiyle yapılan deneylerden elde edilirken, en düşük sürtünme katsayısının SiC karşı yüzeyiyle yapılan deneylerden elde edildiği rapor edilmiştir [28]. Değişik bias voltajlarının TiAlN kaplamalarına etkisinin incelendiği bir çalışmada, bias voltajın artmasıyla sertlik ve adezyon direncinin azaldığı ifade edilmiştir [30]. Yapılan başka bir çalışmada ise TiAlN kaplanmış matkap uçlarının kaplanmamış matkap uçlarına göre yüksek aşınma dayanımı sergiledikleri rapor edilmiştir [31]. Hörling ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada TiAlN kaplanmış takımların TiN kaplanmış takımlara göre çalışma ömürlerinin daha fazla olduğu ifade edilmiştir [32]. Azot gaz akışının TiAlN kaplamalarına etkisinin incelendiği bir çalışmada azot akışının artmasıyla kolonlu yapının küçüldüğü ve daha yoğun bir yapının elde edildiği rapor edilmiştir [33].

Ahlgren ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada bias voltajının artmasıyla TiAlN kaplama içerisindeki bası gerilmelerinin arttığı ifade edilmiştir [34]. Aynı çalışmada düşük bias gerilmelerinde yoğun ve kolonlu bir yapı elde edilirken, yüksek bias gerilmelerinde amorf bir yapının elde edildiği ifade edilmiştir [34].

Pemmasani ve arkadaşları TiAlN filmlerinde Al oranının artmasıyla sertliğin 24 GPa'dan 31 GPa'a yükseldiğini rapor etmişlerdir [35]. Sertlik artışının nedenini ise Al atomlarının NaCl şeklindeki TiN kafesinde Ti atomlarının yerini alarak oluşturdukları katı çözeltiler, yapı içerisinde stokiyometrik olmayan fazların ve kusurların artırdığı kalıntı gerilmeler ve yapı içinde bulunan kübik TiAlN ve TiN fazlar ilişkilendirmişlerdir [35]. Aynı çalışmada yapı içerisinde birden fazla fazın aynı anda olmasının belirgin olan tane küçülmesinin nedeni olduğu ifade edilmiştir [35].

1.3.4. TiAlSiN Kaplamalar

Yüksek hız ve kuru ortamlarda yapılan talaşlı imalat işlemlerine talep her geçen yıl artmaktadır. Bu talep kesme ve şekil verme işlemlerinde kullanılan takımlara uygulanan kaplamalar üzerine daha fazla araştırma yapılmasına neden olmuştur. Bu doğrultuda yapılan

çalıřmalarda TiAlN kaplamalara Si eklenmesiyle sertlik, termal kararlılık, korozyon ve aşınma direnci gibi özelliklerde önemli sonuçlar elde edilmiştir [36-39].

Barshilia ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada, yüksek hız çeliđi matkaplara darbeli doğru akım dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemiyle TiAlSiN malzemesi kaplanarak, mekanik ve delme testleri gerçekleştirilmiştir [40]. Yapılan ölçümler sonucunda en yüksek sertlik değeri 38GPa olarak %6,9 Si içeren numunede elde edilmiş olup, kaplamalarda genel olarak 850°C'ye kadar herhangi bir faz dönüşümü gözlenmemiştir [40]. Matkapla SS 304 malzemesi üzerine yapılan delme testleri sonucunda %5,5 Si içeren numuneyle en yüksek delme performansının elde edildiđi rapor edilmiştir [40]. Chang ve Lai'nin yapmış olduđu çalışmada, TiAlN, CrAlSiN ve TiAlSiN malzemeleri katodik ark yöntemiyle WC/Co taban malzemesi üzerine kaplanarak, sertlik ve kuru kesme testlerine tabi tutulmuştur [39]. Yapılan sertlik testleri sonucunda CrAlSiN ve TiAlSiN kaplamalarıyla 35-36 GPa sertlik değeri elde edilirken, TiAlN kaplamalarıyla 26 GPa sertlik değeri elde edilmiştir[39]. Ti-6Al-4V alařımının yüksek hızda işlenmesinde, TiAlSiN kaplamasının takım aşınma ömrünü TiAlN kaplamasına göre artırdıđı ifade edilmiştir [39]. Kim ve arkadaşlarının yapmış olduđu çalışmada sertlik değeri azot basıncının artmasıyla beraber azaldıđı, yapı içerisinde Si oranının artırılmasının sertliđi artırdıđı ifade edilmiştir [41]. Chang ve arkadaşlarının yapmış olduđu çalışma da ise TiAlSiN kaplamasıyla 40 GPa'lık bir sertlik elde edilmiş olup ve TiN ve TiSiN ile karşılaştırıldığında en yüksek aşınma dayanımına sahip olduđu rapor edilmiştir [38]. Chen ve arkadaşları ise yapıya eklenen Si'un tane küçülmesine neden olduđu ayrıca Al ile birlikte oksidasyon direncini ve aşınma ömrünü artırdıđını ifade etmişlerdir [42]. Nakonechna ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada ise TiAlN filmlere Si eklenmesinin kaplamanın mekanik özelliklerini iyileştirdiđi rapor etmişlerdir [43]. Philippon ve arkadaşlarının yapmış olduđu çalışmada da diđer çalışmaları uyumlu olarak yapıya Si eklenmesiyle tane küçülmesinin meydana geldiđi, tane küçülmesinin ise sertliđi artırdıđı ifade edilmiştir [44]. Aynı çalışmada Si oranının sürtünme katsayısı üzerine önemli bir etkisinin olmadığı ifade edilirken, aşınma oranını önemli derece azalttıđı ifade edilmiştir [44]. Fuentes ve arkadaşları TiAlSiN kaplamasının 200°C ve 400°C sıcaklıklardaki tribolojik özelliklerinin Si içermeyen kaplamalara oranla önemli miktarda iyileştiđi ifade edilmiştir [37].

1.3.5. TiAlVN Kaplamalar

Özellikle TiN kaplamalarına göre yüksek sertlik, oksidasyon direnci ve aşınma direncine sahip TiAlN kaplamalar yüksek hızlarda çalışan talaşlı imalat takımlarında kullanılmaktadırlar. Ancak bu kaplamaların önemli bir dezavantajı 0,8-1,1 değerlerinde yüksek sürtünme katsayısı değerlerine sahip olmasıdır. Bu kaplamaların sürtünme katsayısını azaltmak için kaplama parametreleri ve farklı element katkıları yapılan pek çok iyileştirme çalışmaları gerçekleştirilmiştir [45-47]. Özellikle vanadyum katkısının bu kaplamanın yüksek sıcaklıklardaki sürtünme davranışına iyileştirici yönde önemli katkı yaptığı rapor edilmiştir [48-50].

Tillmann ve arkadaşlarının yapmış olduğu bir çalışmada TiAlVN kaplamaları yüksek hız çeliği olan HS6-5-2C (DIN 1.3343) taban malzeme üzerine katotik ark yöntemiyle kaplanarak yüksek sıcaklık sürtünme ve aşınma özellikleri incelenmiştir [49]. Yapılan incelemeler sonucunda sertliğin artan bias voltajı ile birlikte 43 GPa'a kadar arttığı, 500°C sıcaklığında ise 18 GPa'a düştüğünü ifade etmişlerdir [49]. Aynı çalışmada TiAlVN kaplaması içerisinde kalıntı gerilmelerin sıcaklık ile birlikte azaldığı ve 650°C'de magneli fazın gözlemlendiğini ifade etmişlerdir [49].

Tillmann ve arkadaşlarının yapmış oldukları diğer çalışmada TiAlVN kaplamaların oda sıcaklığında yüksek sertlik ve aşınma direnci davranışı sergilediğini ifade etmişlerdir [51]. Aynı çalışmada yüksek sıcaklıklarda kaplama yüzeyinde V₂O₅ kendinden yağlamalı bir tabakanın oluşarak sürtünme ve aşınma davranışını iyileştirdiği rapor edilmiştir [51].

1.3.6. TiAlCrN Kaplamalar

TiAlCrN'ün kesme takımlarının performanslarının iyileştirilmesinde tek tabakalı ve çok tabakalı olarak kullanımları hızlı bir şekilde artmaktadır. Bu artışın nedeni 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 incelemişlerdir [52]. Yapılan ölçümler sonucunda sertlik ve indirgenmiş elastik modülün azot kısmi basıncının artmasıyla artan bir davranış sergilediğini ifade etmişlerdir [52].

Huang ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada da azot kısmi basıncının artmasıyla TiAlCrN kaplamasının sertliğinin arttığı rapor edilmiştir [53].

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 araştırılmıştır [54]. Yapılan ölçümler sonucunda $Ti_{0,10}Cr_{0,20}Al_{0,70}N$ kaplamasının en yüksek takım ömrü ve oksidasyon kararlılığını gösterdiği ifade edilmiştir [54]. Alüminyum miktarının diğerlerine göre yüksek olduğu $Ti_{0,10}Cr_{0,20}Al_{0,70}N$ kaplamasının TiAlN kaplamasına göre iki kat daha fazla aşınma ömrü sergilediği ifade edilmiştir [54]. Aşınma ömründeki bu artış, alüminyum ve krom elementlerinden oluşan oksit tabakasıyla ilişkili olduğu belirtilmiştir [54].

1.3.7. TiAlCrYN Kaplamalar

Talaşlı imalat işleminde kullanılan kesme takımlarına uygulanan kaplamaların yüksek oksidasyon direncine sahip olmaları beklenir. Bu amaçla TiAlN ve TiAlCrN gibi kaplamalar geliştirilerek oksidasyon direnci $850^{\circ}C$ 'ye kadar çıkartılmıştır. Son yıllarda hem yüksek sıcaklık oksidasyon direncini artırmak hem de sertlik ve aşınma özelliklerini iyileştirmek için TiAlCrN kaplamalarına Y elementi eklenmiştir [55, 56]. Barshilia ve arkadaşlarının yapmış olduğu bir çalışmada TiAlCrYN kaplaması dört katot reaktif dengesiz darbeli doğru akım manyetik alanda sıçratma yöntemiyle yüksek hızlı matkap ucuna, silikona ve orta karbonlu taban malzemelere kaplanarak özellikleri incelenmiştir [57]. Oluşan kaplama B1 NaCl yapıda olup, nano sertlik değeri 25-30 GPa olarak ölçülmüştür. Kaplama yapısı kolonsal olup, $900^{\circ}C$ ye kadar oksitlenme direnci gösterdiği ifade edilmiştir. Nano çizik testi sonucunda 539 mN'a kadar ulaşabilen yüksek adeziv dayanım göstermiştir. Sürtünme katsayısının 2N yük altında 0,70-0,75 arasında olduğu ifade edilmiştir. Yapılan matkapla delme işlemlerinde kaplanmamış takımla 50 delik açılırken, kaplanmış takımla 657 tane delik açılmıştır. Sonuçta bu kaplamanın kesme işlemi zor olan malzemelerde kullanılabileceği ortaya konulmuştur [57].

Luo ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada TiAlCrYN kaplamaları M2, H13, P20 ve S106 çelikleri üzerine dengesiz manyetik alanda kaplanarak kuru sürtünme ve aşınma özellikleri incelenmiştir [58]. Yapılan deneyler sonucunda elde edilen sürtünme katsayısı

değerlerinin 06,-0,8 aralığında aşınma katsayısı değerlerinin ise 10^{-16} - 10^{-15} $m^3N^{-1}m^{-1}$ arasında değiştiği rapor edilmiştir [58].

1.4. Kaplama Üretiminde Kullanılan Yöntemler

Günümüzde pek çok endüstriyel uygulamada kullanılan malzemelerin ana özellikleri değiştirilmeden sadece yüzey özelliklerinin 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 fiziksel buhar biriktirme (Physical Vapor Deposition) ve kimyasal buhar biriktirme (Chemical Vapor Deposition) yöntemleri gelmektedir. Ayrıca her iki yöntem kendi içerisinde pek çok alt dallara ayrılmaktadır. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi yüksek sıcaklıklarda gerçekleştiğinden dolayı pek çok malzemeye uygulanamamaktadır. Fiziksel buhar biriktirme yöntemi ise daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştiğinden dolayı yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Bu çalışmada kullanılan kaplama yönteminden dolayı fiziksel buhar biriktirme yöntemleri üzerinde durulacaktır.

1.4.1. Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemleri

Fiziksel Buhar Biriktirme (FBB) yöntemi katı durumundaki malzemelerin, atom ya da moleküler halde buharlaştırılarak düşük basınçlı gaz ortamlarında iş parçası üzerine yoğunlaştırılmasını içeren kaplama yöntemidir [8]. Bu yöntemin amacı hedef malzemedeki kopartılan atomların kontrollü bir şekilde kaplamanın olduğu taban malzeme yüzeyine taşınmasıdır [59].

En eski FBB kaplamalar Michael Faraday tarafından on dokuzuncu yüzyılda kablonun buharlaştırılmasıyla üretilmiştir. Fakat o dönemdeki kaplamaların kalitesi çok düşük olduğundan ve vakum elde edebilmek için kullanılan donanımların yeterli olmamalarından dolayı bu konular bilimsel bir merak olarak kalmışlardır. İlk sıçratma kaplamalar (sputtering coatings) on dokuzuncu yüzyılın ortalarında Grove tarafından floresan tüpler ile alakalı bir çalışmada gerçekleştirilmiştir. Çoğunlukla sıçratma yöntemiyle imal edilen kaplamalar 1930'lu yıllara kadar ayna yapmak için kullanılmıştır. 1920'li yıllarda difüzyon pompasının geliştirilmesi kaplama odasının buharlaşmayı kontrol edebilmek için yeterince düşük seviyelerdeki basınç değerlerine düşürülmesine olanak sağlayarak kaplama teknolojisinin

geliştirilmesinde önemli katkılar sağlamıştır. Günümüzde hala basit vakum buharlaştırma yöntemiyle kaplamalar üretilmektedirler. FBB yöntemleriyle üretilen tribolojik kaplamaları dört grupta toplanmıştır [8, 60, 61]. Bunlar;

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

Aynı kaplamalar farklı kaplama yöntemleriyle veya birden fazla yöntemin aynı anda kullanıldığı durumlarda farklı özelliklere sahip olabilmektedirler. Ancak her durumda kullanılan kaplama yöntemlerinin istenen özellikleri sağlayabilmeleri için ve aynı şartlarda tekrar üretilmelerini sağlayabilmek için optimize edilmeleri gerekmektedir. FBB yöntemlerinde kaplamalar atom ölçeğinde kaplanırlar. Bu durumu gerçekleştirmek için dört önemli kademe vardır [8]:

1. Fiziksel yöntemlerle (buharlaştırma ya da sıçratma) buhar akısının oluşturulması.
2. Kaplama atomlarının hedef malzemedan gaz fazına transferi.
3. Kaplama atomlarının taban malzeme üzerine biriktirilmesi.
4. Kaplama atomlarının katmanlar halinde büyütülmesi.

Temel olarak fiziksel buhar biriktirme (FBB) işlemleri iki ana başlıkta incelenir: sıçratma (sputtering) ve buharlaştırma (evaporation).

1.4.1.1. Buharlaştırma

Katı malzemenin buhar akısına dönüştürmede kullanılan en kolay yöntemdir. Bu yöntemde hedef malzeme; ısıtılarak, sahip olduğu buhar basıncı artırılıp ve kritik sıcaklıkta ortam basıncını aşarak hedeften buhar olarak ayrılıp daha sonra taban malzeme üzerine biriktirilmesiyle kaplama işlemi gerçekleştirilir. Kaplama işleminde yüksek ısı girişi olmadan makul değerlerde kaplama akısı sağlayabilmek için buharlaştırma prosesi genelde vakum ortamında yapılır. Buharlaştırma sistemlerinde pek çok sayıda ısıtma yöntemi geliştirilmiştir. Bunlardan önemli olanlarına; dirençli ısıtma (resistive heating), elektron ışımasıyla ısıtma, ark ısıtması ve plazma ısıtma örnek olarak verilebilir.

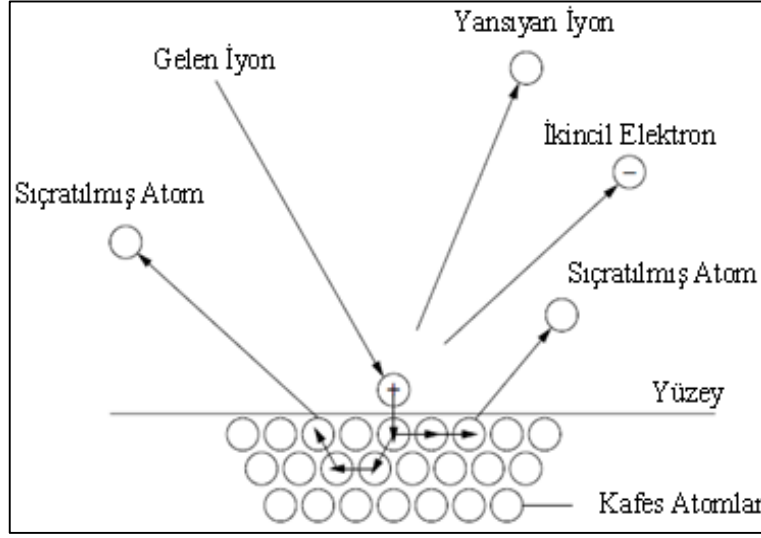
Buharlaştırma yöntemleri dekoratif uygulamalardan yüksek sıcaklıklardaki süper iletken filmlere kadar pek çok alanda kullanılmaktadır. Kaplanan malzemenin enerjili parçacıklar tarafında (iyon ve enerjili nötronlar) bombardıman edilmesi çok büyük bir öneme

sahiptir. Bu nedenle plazma üretme yöntemi kaplanan filmin özellikleri ve yapısı için çok büyük öneme sahiptir. Atomik olarak kaplanan filmlerin özellikleri kaplanan malzemeye, taban malzemenin yüzey kimyasına ve morfolojisine, yüzey hazırlama işlemlerine ve kaplama yöntemine ve kaplama parametrelerine çok güçlü bir şekilde bağlıdır [8, 9]. Katodik ark buharlaştırma en yaygın kullanılan buharlaştırma tekniğidir. Bu yöntem çok yüksek oranlarda kaplama hızına sahiptir. Ancak yöntemin en büyük dezavantajı hedef malzemelerden oluşan damlacıkların (droplet) kaplamaların yapılarını bozmalarıdır.

1.4.1.2. Sıçratma

Fiziksel buhar biriktirme yöntemlerinden diğeri olan sıçratma (sputtering) ilk defa 1852 yılında Grove tarafından doğru akım gaz deşarj tüplerinde gözlenmiştir. Burada Grove, deşarj tüplerinin katot yüzeylerinin enerjili iyonlar tarafından sıçratıldığını ve katot malzemelerinin deşarj tüpünün iç duvarına kaplandığını gözlemlemiştir. O zamanlarda, tüp içerisinde katot yüzeylerinin bozulmasına neden olduğundan istenmeyen bir durum olarak kabul edilen sıçratma işlemi, günümüzde sıçratma yüzey temizleme, ince film kaplama, yüzey ve yüzey katmanları analizi gibi alanlarda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [9].

Sıçratma ile kaplama yönteminde, kaplama işleminin meydana geldiği oda (vacuum chamber) bir pompa vasıtasıyla 10^{-6} Torr ya da daha düşük basınç seviyelerine getirilir [62]. Vakum odası soy bir gaz ile doldurulur. Daha sonra plazma oluşturulup hedef malzemeye (kaplama için kullanılan kaynak malzeme) negatif gerilim uygulanır. Temel olarak sıçratma (sputtering) momentum transferini esas alan bir yöntemdir. Hedef malzeme yüzeyindeki atomlar momentum transferiyle kopartılarak kaplanacak malzeme yüzeyine biriktirilir. Bu yöntemde yüzeye bir parçacık çarptığında ortaya çıkan etki, yüzeye çarpan parçacığın enerjisine, geldiği açıya, yüzey atomlarının bağ enerjisine ve çarpışan parçacıkların kütlesine bağlıdır. Buharlaştırma yöntemi ile malzemelerin kaplanması işleminde hedef malzemenin ergimesinden dolayı kaplamanın kimyasal oranında kayıp meydana gelebilirken, sıçratma yönteminde kaplama malzemesinin momentum transferiyle taban malzemeye kaplanmasından dolayı bu durum meydana gelmez. Bu özellik sıçratma yönteminin çok yaygın bir şekilde kullanılmasını sağlayan nedenlerin başında gelmektedir [59]. Sıçratma işleminde gelen parçacıklar genelde iyondur. Bunun nedeni iyonların uygulanan elektrik potansiyeliyle daha fazla ivmelendirilebilmeleridir. Sıçratma işleminin şematik gösterimi aşağıdaki Şekil 3'te verilmektedir.



Şekil 3. Sıçratma işleminin şematik gösterimi [60].

Sıçratma yöntemi kaplama seçeneklerine bağlı olarak çok yönlü bir fiziksel buhar biriktirme yöntemidir. Bu yöntem bütün saf metaller ve alaşımları için hatta daha karmaşık malzemeler içinde kullanılabilir. Ayrıca çoğu oksitler ve nitrürler içinde hassasiyetle kullanılabilir.

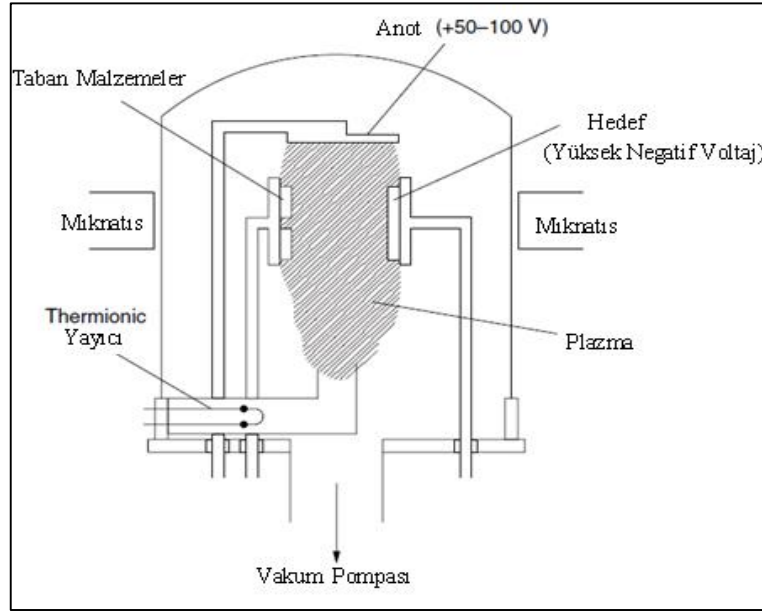
Sıçratma yöntemleri kendi içerisinde doğru akım diyot sıçratma, doğru akım triyot sıçratma, radyo frekans sıçratma ve manyetik alanda sıçratma şeklinde 4 ana guruba ayrılmaktadır.

1.4.1.2.1. Doğru Akım Diyot Sıçratma

Doğru akım diyot en basit ve en eski sıçratma kaplama yöntemidir. İki elektrot genelde birbirlerine paralel olarak yerleştirilir. Kaplama işlemi argon gazı atmosferinde 1000 ile 3000 V gerilim altında gerçekleşir. Doğru akım diyot sistemi önemli dezavantajlara sahiptir. Bunlardan önemli olan bazıları; düşük kaplama oranı, yüksek çalışma basıncı, kullanılacak hedef malzeme elektriği iletme zorunluluğu ve taban malzeme yüzeyinin plazma elektronlarıyla bombardıman edildiğinden dolayı taban malzemenin aşırı ısınmasıdır. Bu nedenle sistemin bu dezavantajlarını ortadan kaldırmak ve sistemin performansını artırmaya yönelik yeni yöntemler geliştirilmiştir.

1.4.1.2.2. Doğru Akım Triyot Sıçratma

Bu sistemde ısıtılmış bir flaman boşalma için ikincil bir elektron kaynağı olarak kullanılır. Bu yöntemde elektronları hapsedmek ve izolasyon olasılığını artırmak için dışarıdan mıknatısta kullanılabilir. Doğru akım triyot sıçratma sisteminin şematik gösterimi Şekil 4’te verilmiştir.



Şekil 4. Triyot sıçratma işleminin şematik gösterimi [60].

Triyotlar düşük basınçlarda ve voltaj değerlerinde daha yüksek kaplama oranı sağlarlar. Triyotların dezavantajları ise eksen boyunca uniform olmayan plazma dağılımının olması ve bunun da yüzeyin uniform olmayan bombardımanına neden olmasıdır [60].

1.4.1.2.3. Radyo Frekans Sıçratma

Doğru akım diyot sıçratma sisteminde yalıtkan malzemelerin kaplanması işleminde akkor boşalması (glow discharge) sağlanamaz. Bunun nedeni, yalıtkan kaplama malzemesi kaynağının (target) üzerinde pozitif yüklü iyonların birikmesidir. Bu gibi durumlarda akkor boşalmanın sağlanabilmesi için doğru akım gerilim güç kaynağı yerine radyo frekans güç kaynağı kullanılır. Bu sistemlere radyo frekans sıçratma sistemleri (rf sputtering system)

denir. RF sıçratma yöntemi 1960'lı yıllarda özellikle dielektrik filmlerin kaplanmasında kullanılıyordu. Günümüzde ise kullanım alanları dikkate değer bir şekilde artmıştır [9].

Tipik olarak radyo frekans sıçratma sistemleri 5 ile 30 MHz lik frekanslar arasında çalışırlar. Ancak bununla beraber, plazma sistemler için Federal Communications Commission'un üzerinde mutabık kaldığı 13.56 MHz frekans değeri yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [59]. Elektrot RF jeneratörüne bağlandığı zaman, elektron ve iyonların hareketlerindeki farklılıklar nedeniyle elektrotta negatif bir gerilim oluşur [7]. RF sıçratma yönteminde sıçratma oranı düşük olmasına rağmen elektriği iletmeyen hedef malzemelerin kaplanmasında kullanılmaktadır. Elektriği iletmeyen hedef malzemelerin RF sıçratma yöntemiyle kaplanmasındaki en büyük dezavantajlarından biri, çoğu dielektrik malzemelerin ısı iletim katsayılarının düşük olması, ısı genişleme katsayılarının yüksek olması ve çoğunlukla gevrek malzemeler olmalarıdır [8, 63].

1.4.1.2.4. Manyetik Alanda Sıçratma

Buraya kadar ifade ettiğimiz temel sıçratma teknikleri yıllardır bilinmesine ve pek çok malzemeler bu sıçratma yöntemleriyle çok başarılı bir şekilde kaplanmasına rağmen, düşük kaplanma oranı, plazmada düşük iyonlaşma verimsizliği ve taban malzemenin aşırı ısınması gibi bazı dezavantajlara sahip olmaları kullanım alanlarını sınırlamıştır [64]. Bu dezavantajlar dengeli manyetik alan (geleneksel) sıçratma ve daha sonraları dengesiz manyetik alan sıçratma yöntemleriyle aşılmıştır. Prensip olarak iki yöntem arasındaki temel farklılık plazmanın hedef malzeme yüzeyine sınırlandırılma derecesidir. Geleneksel manyetik sistemlerde plazma hedef malzeme yüzeyinden 60 mm alan içerisinde yoğun bir şekilde bulunur. Geleneksel düzlem diyot sistemlerde, iyonlar hedef yüzeyinden daha uzakta oluşturulurlar. Bu nedenle iyonların kaplama ünitesinin duvarlarına çarparak enerjilerini kaybetme ihtimalleri daha yüksektir.

Manyetik alan sıçratma yönteminin ince film kaplama teknolojisinde etkileyici bir işlem olduğu 1960'lı yılların başlarında fark edildi. Günümüzde endüstride mikro elektronikten otomobile, mimari camlara, sert kaplamalara kadar geniş ölçekte kullanım alanlarına sahiptir. Günümüzde ince film kaplamada pek çok manyetik alanda sıçratma sistemleri kullanılmaktadır. Bunlardan en önemli olanları silindirik tip, diğeri ise düzlem şeklinde olan sistemlerdir [9].

Yüzey mıknatıs plazma konfigürasyonunda elektrik ve manyetik alanlar, elektron akısının katot yüzeyine yakın olmasını sağlamak için kullanılır. Elektron manyetik alana dik doğrultuda olan hız bileşeni ile hareket eder. Doğru akım diyot sistemlerde, katottan çıkartılan elektronlar hızlı bir şekilde katottan uzaklaştıklarından dolayı plazma boşalmasını verimli bir şekilde besleyememekteydiler. Bu durum, uygun bir manyetik alan uygulanarak, elektronlar hedef yüzeyinde kalacak şekilde yönlendirilebilmesi ve mıknatısların uygun düzenlenmeleri sayesinde elektronlar hedef yüzeyinde daire çizmeleri sağlanabilir. Bu yüksek elektron akısı yüksek yoğunlukta bir plazma sağlar. En yaygın mıknatıs kaynağı olarak düzlemsel mıknatıslar kullanılmaktadır [7, 8].

1.4.1.2.5. Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma

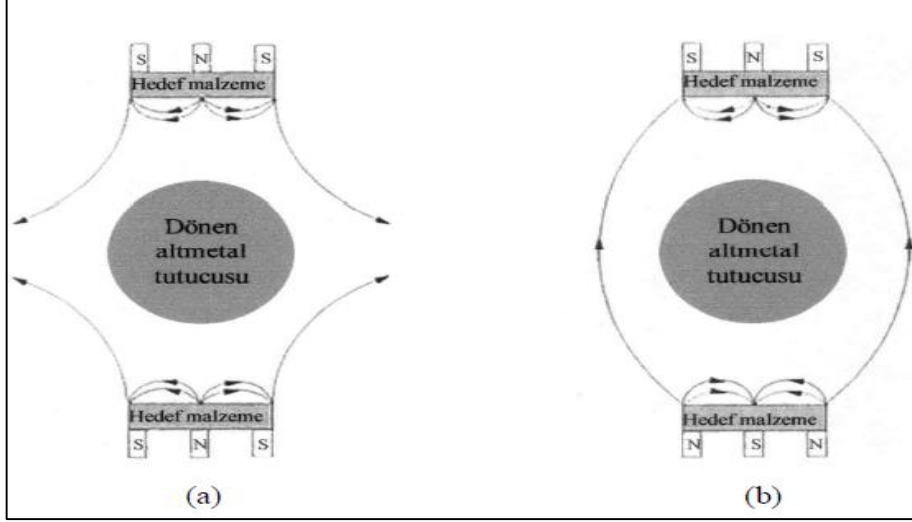
Dengesiz manyetiklik kavramı ilk olarak Window ve Savvides tarafından değişik manyetik sistemlerin diğer geleneksel manyetik sistemler üzerindeki etkilerini incelemiş oldukları çalışmalarda kullanılmıştır [65]. Bu yöntemde mıknatıslarla taban malzeme yüzeyleri arasındaki mesafeyi artırdığımızda taban malzeme yüzeyi üzerindeki iyon akımı aşırı derecede azalmaktadır. Bu da yüzeyin bombardıman verimliliğini azaltmaktadır. Bu olumsuzluğu giderebilmek için iki yöntem kullanılmaktadır. Birincisinde ortama ilave iyon göndermek, diğerinde ise dengesiz mıknatıslarla plazmanın hapsedilmesidir [60, 64].

Dengesiz manyetik alan, bazı elektronların ortamdan kaçmasına müsaade edildiği manyetik konfigürasyon sistemleridir. Aslında çoğu mıknatıslar belli derecede dengesizliğe sahiplerdir, 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 [8].

1.4.1.2.6. Dengesiz Kapalı Alanda Manyetik Sıçratma

Dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemlerinin sağlamış oldukları faydalara rağmen, karmaşık şekilli parçaların uniform olarak kaplanmalarında bir takım zorluklara sahiplerdir. Bu nedenle bu tür sistemlerin ticarileştirilmesi için çok mıknatıslı sistemler üretilmiştir. Bu sistemlerde mıknatıslar özdeş ya da karşıt kutuplu şekilde

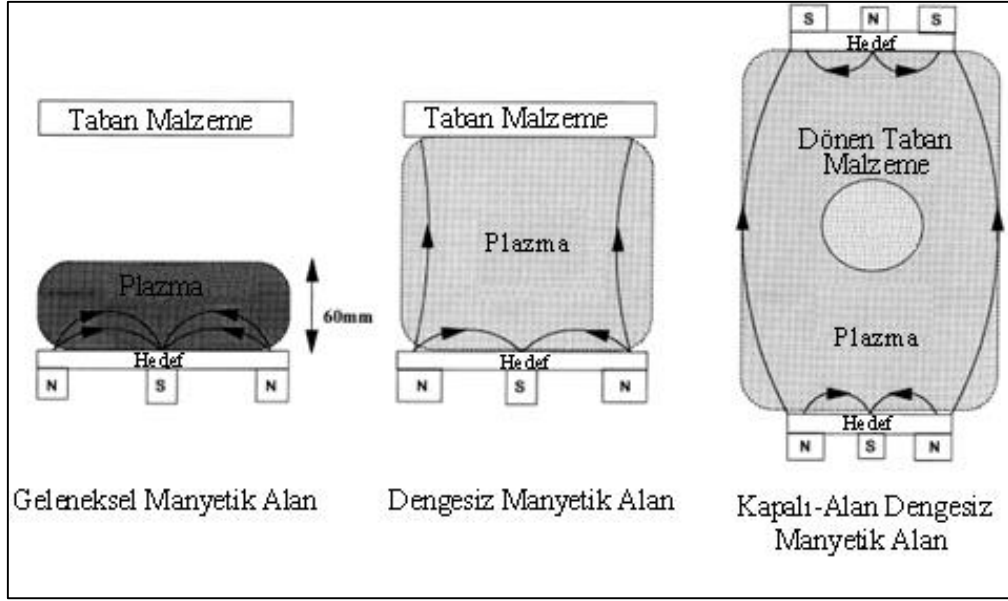
düzenlenmektedirler. İlk durumda “aynalı” daha sonraki durumda da “kapalı alan” sistemler geliştirilmiştir. Bu sistemlerin karşılaştırılması aşağıdaki şekilde verilmektedir [64, 66, 67].



Şekil 5. Kapalı alan dengesiz manyetik sıçratma sistemlerinin şematik resimleri; a) Aynalı, b) Kapalı alan [64].

Aynalı sistemlerde manyetik alan çizgileri kaplama odası duvarlarına doğru gitmektedir. Bu nedenle bu sistemlerde ikincil elektronlar bu çizgileri takip ederek kaybolurlar. Bu da taban malzeme bölgesinde düşük plazma yoğunluğuna neden olur. Kapalı alan sistemlerde ise, manyetik alan çizgileri birbirleriyle bağlanırlar ve bu tür ikincil elektronların duvara kaçma oranını düşürürler. Doğal olarak taban malzeme bölgesinde daha yoğun bir plazma oluşur bu da kaplamanın kalitesini artırır.

Kapalı alan sistemlerde, mıknatıslar arasındaki manyetik alan çizgileri, plazma içerisinde elektronlar için kapalı bir tuzak oluşturur. Bu nedenle çok az sayıda elektron kaplama odasının duvarlarına kaçar ve taban malzeme bölgesinde yoğun bir plazma elde edilir. Bu da büyüyen filmin yüksek seviyede iyon bombardımanına maruz kalmasına öncülük etmiş olur. Geleneksel, dengesiz ve karşılıklı kapalı alan manyetik sıçratma sistemlerinin karşılaştırmalı hali Şekil 6’da verilmiştir.



Şekil 6. Geleneksel, dengesiz ve karşılıklı kapalı alan manyetik alanda sıçratmadaki manyetik çizgilerin ve plazma görünümünün karşılaştırılması [67].

Bu yöntem saf metal ve alaşımların kaplanmasında kullanımına ek olarak pek çok geniş ölçekteki reaktif sıçratmalı kaplamalarda da başarılı bir şekilde kullanılmaktadır. Tek elementli nitrürler, özellikle titanyum nitrürleri bu yöntemle yaygın bir şekilde kaplanmaktadır. Kapalı alan içerisinde dengesiz manyetik alanda sıçratma ayrıca kademeli kaplamaların üretilmesine de olanak sağlamaktadır. Bu durum, kaplama ile taban malzeme arasında yüksek yapışma performansının elde edebilmesine olanak sağlamaktadır [67].

1.4.1.2.7. Darbeli Manyetik Alanda Sıçratma

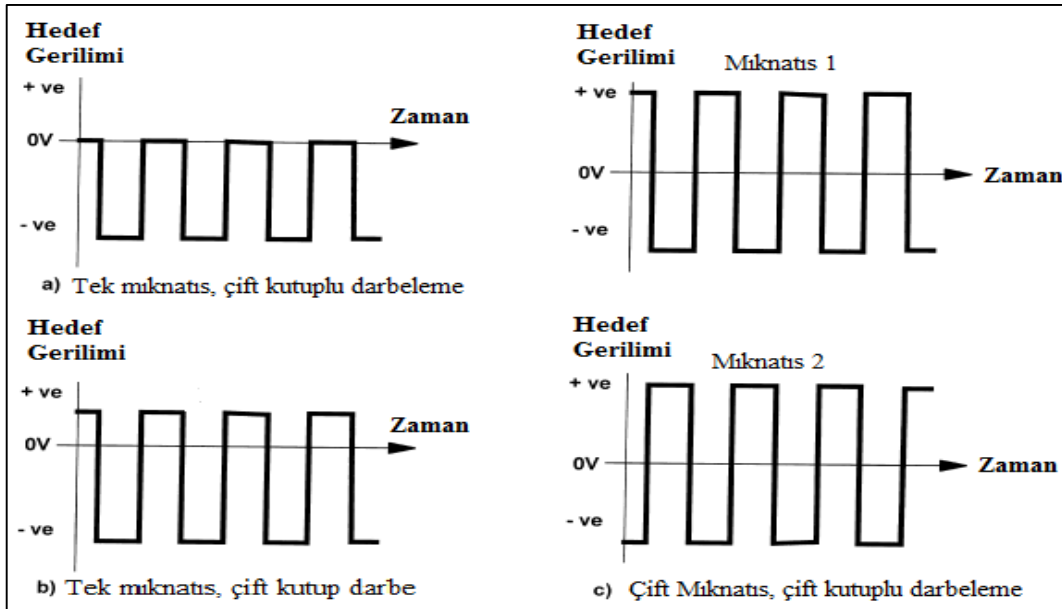
Darbeli manyetik alanda sıçratma metodu özellikle iletken olmayan malzemelerin kaplama işlemleri için geliştirilmiş bir sıçratma yöntemidir. Yalıtkan malzemeler ve oksit filmler RF sıçratma ve kontrollü atmosfer ortamında reaktif manyetik alanda sıçratma yöntemiyle yüksek kalitede kaplanabilmektedirler [67]. Ancak bu yöntemler, kaplama oranının özellikle reaktif olarak çalıştırıldığında çok düşük olması (genelde saatte 1 μm), ark oluşumuyla alakalı kaplama kusurları ve ayrıca sistemin karmaşık olması nedeniyle ticari uygulamalar için ekonomik bazı problemlere sahiptir [64]. Ayrıca reaktif manyetik alanda sıçratma yönteminde kaplama işlemi devam ederken, hedef malzeme yüzeyleri ortamdaki reaktif gazla tepkimeye girerek yüzeyde yalıtkan bir tabaka oluşturur. Bu yalıtkan tabaka hem kaplamanın kimyasal bileşimini (stokiyometri) hem de kaplamanın yapısını olumsuz

yönde etkiler. Burada hedef malzeme yüzeyinde oluşan yalıtkan tabaka “hedef malzeme zehirlenmesi” olarak isimlendirilir. Basit bir metalik sıçratma işleminde hedef (ya da katot) bir sıçratma kaynağı ile güce, ortam basıncına ve miknatıs dizilimine dayanan bir doğru akım gerilim ile tahrik edilmektedir. Bu gerilim ortamda bulunan argon iyonlarını yeterli kinetik enerjisi ile hedef malzemeye doğru yönlendirilerek hedef malzemedeki atomların sıçramasına neden olur. Serbest hale gelen hedef malzeme atomları daha sonra istenilen kaplamanın oluşturulması için taban malzeme yüzeyine yoğunlaştırılır. Serbest haldeki atomlar ayrıca kaplama odasının duvarlarına ve tekrar hedef malzeme yüzeyine de yoğunlaşmaktadırlar. Saf malzemelerin sıçratma işleminde bu tekrar yoğunlaşma işlemi herhangi bir problem oluşturmaz. Çünkü hedef malzeme ve yeniden yoğunlaşan malzemeler aynı malzemelerdir. Ancak reaktif sıçratma işleminde kaplanan filmler bileşiktir. Bu nedenle hedef malzeme yüzeyine farklı malzeme kaplanmaktadır. Örneğin alüminyum oksit metalik alüminyumdan farklı özelliklere sahiptir. Bu gibi durumlarda oluşan bu yalıtkan tabaka sorun teşkil etmektedir. Bir hedef malzemenin yüzeyine bir yalıtkan malzeme kaplandığında hedef bir iletken olarak davranır, plazma diğer bir iletken olarak davranır. Yalıtkan tabaka ise elektriği iletmeyen bir tabaka olarak davranır. Bu durumda DC akımı sistem boyunca akamaz. Bu iki probleme neden olur. Birincisi akım iyon akımı olduğundan dolayı hedefe argon iyonları çarpamaz ve dolayısıyla hedef malzeme atomları serbestleşmediği için sıçratma işlemi gerçekleşmez. Sonuç olarak hedef malzemenin bu kısmı zehirlenmiş olarak ifade edilir [68]. İkinci olarak hedef malzeme yüzeyi düzensiz yalıtkan olduğundan dolayı uygulanan gerilimle bütün yüzey yeterince yüklenmez. Bu nedenle yalıtkan tabakanın bozulması ani olarak yüklerin serbest kalmasına neden olarak ark olayının oluşmasına neden olur [68].

Hedef malzeme zehirlenmesini azaltmak için aşağıdaki yöntemler kullanılmaktadır. Birinci yöntem gaz akış hızının değiştirilmesi, ikinci yöntem hedef malzeme ile taban malzeme arasındaki mesafenin değiştirilmesi, üçüncü yöntem hedef malzeme ile taban malzeme arasında bir perdenin konulması ve dördüncü yöntem de gaz akışına darbe uygulanmasıdır [69].

Son zamanlarda geliştirilen darbeli manyetik alan sıçratma yönteminin reaktif halde çalıştırılması bu problemleri yukarıda bahsedilen çözümlerin haricinde oldukça azaltmıştır. Bu yöntemde manyetik boşalmanın orta frekanslarda (10-200 kHz) darbelenmesi yalıtkan malzemelerin kaplanması işleminde ark oluşumunu ve doğal olarak kaplamadaki birçok hatanın azalmasını sağladığı bulunmuştur. Buna ek olarak darbeli reaktif sıçratma

yöntemiyle saf metal filmlerin kaplanmasındaki kaplama oranlarına da yaklaşılmıştır. Darbeli doğru akım manyetik sıçratma yönteminde mıknatıs deşarjları tek kutuplu ya da çift kutuplu olarak darbelenebilmektedir. Her iki durumda da darbe uygulanması (pulsed on) sınırlı olduğundan dolayı yalıtkan tabakanın yüklenmesi arkın oluşacağı noktaya kadar ulaşamaz ve oluşan yük ise darbe olmadığı anda (pulsed off) plazmaya doğru dağıtılır. Tek kutuplu durumda hedef gerilimi normal negatif gerilim ile yer gerilimi arasında değişir. Çift kutuplu durumda ise hedef gerilimi darbe olmadığı durumda tersine ve pozitif olmaktadır. Plazma içerisinde elektronlar iyonlardan daha hızlı hareket ettiklerinden dolayı deşarjı dağıtmak için tersine gerilimin, negatif gerilimin %10 ile %20'si arasında bir değerde bulunması yeterli olmaktadır. Alternatif olarak aynı darbe kaynağına iki tane mıknatıs bağlanabilir. Bu durumda hedef gerilimi tamamıyla tersine gerilim olup, her mıknatıs kaynağı, dönüşümlü olarak deşarjın anodu ve katodu olarak davranır. Periyodik olarak kutup değişimi hedeflerde kendini temizleme sağlayarak uzun süreli kaplama işlemlerinde kararlı bir kaplama işlemi sağlar. Her bir durumdaki hedef gerilimlerin dalga biçimleri Şekil 7'de gösterilmektedir [67].



Şekil 7. Hedef gerilimlerin dalga formları

Bu yöntemde uygun darbe frekansı, darbe zamanı ve darbe yükseklikleri kaplanacak olan malzemelere bağlıdır. Örneğin iyi bir dielektrik malzeme olan Al_2O_3 için kaplama işleminde, 50 kHz frekans değeri en uygun olurken, biraz iletken olan TiN gibi malzemelerin

kaplanmasında 150 kHz frekans değeri daha uygun olduğu ifade edilmiştir [64]. Langmuir algılayıcısıyla yapılan incelemeler sonucunda kaplama işleminde kullanılan darbe parametrelerinin (frekans, görev zamanı, tersine gerilim) sadece hedef zehirlenmesi ve ark oluşumunu azaltmanın yanı sıra, kaplamaların yapılarını da önemli derecede değiştirdiği ortaya konulmuştur [70-73]. Örneğin yapılan ölçümlerde darbe uygulanmış kaplama işlemlerinde taban malzeme yakınlarında plazma yoğunluğunun ve elektron sıcaklığının arttığı ölçülmüştür [74-76]. Yapılan başka bir çalışmada darbe uygulanmış TiN kaplamaların uygulanmamış kaplamalara göre daha yüksek adezyon değerleri gösterdiği ifade edilmiştir [70]. Lee ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada darbe frekansının 2 kHz den 20 kHz artırılmasıyla kaplama tane boyutunun azaldığını ifade etmişlerdir [71].

1.4.1.2.8. Yüksek Güç Yoğunluklu Darbeli Manyetik Alanda Sıçratma

Manyetik alanda sıçratma yöntemleri metalik kaplamalardan bileşik kaplamalara kadar pek çok uygulamada yaygın bir şekilde kullanılan fiziksel buhar biriktirme yöntemlerinden biridir. Çoğu uygulamada kaplamaların yoğun, kusursuz ve boşluksuz olması istenir. Bu gibi özellikleri elde etmek için, taban malzemeye biriktirilen filmin düşük enerjili iyonlarla absorbe olmuş atomların hareketliliğini artırmak için bombardıman edilmesi gerekir. Dikkate değer bir bombardıman elde edilebilmesi için yoğunlaşan akı içerisindeki iyon nötron oranının yeterli mertebede olması gerekir.

Doğru akım manyetik alanda sıçratma yöntemlerinde hedef malzemeye uygulanan güç yoğunluğu tipik olarak 50 W cm^{-2} 'den daha düşüktür. Hedef malzemeye uygulanan güç yoğunluğunun düşük olması plazma ile temas halindeki hedef malzemenin aşırı ısınmasını önlemek içindir. Darbeli doğru akım manyetik alanda sıçratma sistemlerinde 900 W cm^{-2} hedef malzeme güç yoğunluğuna ulaşılmıştır. Kouznetsov ve arkadaşları 1999'da yapmış oldukları çalışmada geliştirdikleri teknik ile $2,8 \text{ kW cm}^{-2}$ 'lik hedef malzeme güç yoğunluğuna ulaşmışlardır [77].

Bu yöntemde güç kaynağı düşük güç seviyelerinde çalışır ve her çevrimde kısa süreliğine yüksek voltajlara darbelenir. Böylece yüksek elektron yoğunluğu ($6 \times 10^{19} \text{ m}^{-3}$ civarında) elde edilerek sıçratılmış malzemelerin iyonlaşması artırılır [78]. Bu elektron yoğunluğu, dc manyetik alanda sıçratma gibi geleneksel sıçratma tekniklerinden yaklaşık üç kat daha yüksek elektron yoğunluğudur [79]. Yapılan çalışmalarda yüksek güç yoğunluklu darbeli manyetik alanda sıçratma sistemlerinde geleneksel manyetik alanda sıçratma

sistemlerine göre iyonlaşma derecesi daha yüksek bir plazma yoğunluğu sağladığı ifade edilmiştir [80]. Yöntemin genel avantajları yüksek kaplama hızı, optimum adezyon, mükemmel kaplama homojenliği şeklinde sıralanabilir. Bu alanda yapılan araştırmalar her geçen gün artarak devam etmektedir.

1.5. Çalışmanın Amacı ve Kapsamı

Sanayide gerçekleştirilen üretimlerde kullanılan yöntemler içerisinde en önemlilerinden biri ekstrüzyon yöntemidir. Ekstrüzyon yöntemi, istenilen geometriye sahip uzun parça elde etmek için hazırlanan kalıbın önüne yerleştirilmiş olan kütük (bilet, takoz) malzemesinin arka kısmındaki zımbanın uyguladığı kuvvetle bu kalıbın içinden geçirilerek istenilen profilin elde edilmesi olarak tanımlanabilir. Elde edilen ürünün istenilen geometrik özelliklerde olması ve bu özelliklerin ürünün imalatı süresince belirlenen tolerans aralıkları içerisinde kalması, kalıp olarak kullanılan parçanın öncelikli olarak aşınma davranışına bağlıdır. Klasik olarak gerçekleştirilmekte olan üretimlerde, imal edilen kalıplar genel olarak konvansiyonel ısıl işlemlere tabi tutularak kullanılmaktadır. Klasik yöntemlerle hazırlanan kalıpların kullanım ömürleri kalıbın imalatında kullanılan malzemenin sergileyeceği mekanik ve tribolojik dayanım özelliklerine bağlıdır. Bu dayanım değerleri, genellikle kullanılan kalıptaki açıklığın (ürün geometrisinde şekillendirilmiş kanal) belirlenen ticari tolerans değerine erişmesi ile ifade edilmektedir. Oluşan bu aşınma sonucunda, kalıbın üretmekte olduğu ürün boyutları değişerek hatalı ürün elde edilmektedir. Kalıpta ortaya çıkan bu değişim teknik olarak giderilmesi güç hasarlar meydana getirmekte olduğundan, kalıbın değiştirilmesi zorunlu olmaktadır. Bu durum, ortaya çıkan kalıp maliyetinin yanında üretimin durmasına ek olarak da hammadde ve işçilik maliyetlerinin de artmasına neden olmaktadır.

Ekstrüzyon işlemlerinde kullanılmakta olan kalıplar genellikle sıcak iş takım çeliklerinden üretilmektedirler. Bu çelikler yüksek sıcaklıkta uzun süreli kullanıma uygun ve tekrarlı yükler altındaki uygulamalarda yüzeysel sertlik düşüşlerine karşı dirençli malzemelerdir. Sıcak iş takım çeliklerinden üretilen takım ve kalıpların göstermiş olduğu performans, kullanılan sıcak iş takım çeliğinin kalitesine, uygulanan ısıl işleme, ısıl işlem sonrası uygulanan yüzey işlemlerine, kalıp ya da takım tasarımına, ekstrüze edilen malzeme cinsine ve kullanım şartlarına bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Sıcak iş takım çeliklerinin kullanım yerlerinde maruz kaldıkları çalışma koşulları Tablo 1’de verilmiştir. Yüksek

sıcaklıkta kullanılan takım ve kalıp çeliklerinden başlıca sahip olmaları istenilen özellikler; çalışma sıcaklığında deformasyon dayanımının, yüksek sıcaklıktaki aşınma direncinin, ısı işlemlerden kaynaklanacak deformasyonlara karşı direncinin ve gerilme çatlak dayanımının yüksek olmasıdır. Sanayide yüksek sıcaklık uygulamalarında en yaygın olarak H11, H12, H13 sıcak iş takım çelikleri kullanılmaktadır. Bu çeliklerden özellikle alüminyumun ekstrüzyon kalıplarının imalatında kalıp malzemesi olarak kullanılan en yaygın çelik AISI H13-X40CrMoV5-1 (1.2344) çeliğidir.

Tablo 1. Sıcak iş takım çeliklerinin maruz kaldığı zorlanmalar [81].

| Zorlanma Türü | Dövme | Ekstrüzyon | Enjeksiyon |
|---------------------|-------|------------|------------|
| Maks.Yüz. Sıcaklığı | 870°C | 570°C | 600°C |
| Isıl Yorulma | +++++ | +++ | ++++ |
| Plastik Deformasyon | +++++ | +++ | +++ |
| Sıcak Aşınma | +++++ | ++++ | ++++ |
| Erozyon | ++ | ++ | +++++ |
| Sürünme | + | +++++ | + |
| Darbe | +++++ | ++ | ++++ |

+ etkinin derecesini ifade etmektedir.

Ekstrüzyon imalatında kullanılan kalıplar çalışma ortamında termo-mekanik etki altında iş görmektedirler [82]. Bu koşullar altında kullanılmakta olan kalıplarda genel olarak, termal yorulma çatlakları, oksitlenme [83], erozyon, korozyon ve işlenen alaşımlarının yerel olarak yapışmasından [84] kaynaklanan hasarlar meydana gelmektedir. Bu nedenle daha uzun bir ömür için bu tür etkilere maruz kalan malzemelerin yüzey aşınma dayanımlarını artırılma yolları aranmaktadır [85-87]. Bu yollardan biri, AISI H13 sıcak iş çeliğinin yüzeyine nitrürleme işlemi uygulanmasıdır. Yapılan çalışmalar sonrasında farklı nitrürleme süreleri ve sıcaklıklarında kalıp malzemesine uygulanan nitrürleme işleminin çeliğin mikro yapısını ve aşınma davranışını iyileştirmekte olduğu ve bu yöntemle yüzeyi işlenmiş kalıpların çalışma ömürlerinin önemli ölçüde arttığı belirlenmiştir. Söz konusu iyileşmenin yüzeyde oluşturulan nitrür bileşim tabakasının kalınlığına bağlı olduğu, nitrür tabakası kalınlığının artmasıyla birlikte aşınma hızının arttığını ve nitrürleme ortamı gazındaki azot bileşiminin azaltılmasıyla birlikte bileşim tabakasının kontrol edilmesi kolaylaşarak, fazla

kalınlaşmasının önlenmesi nedeniyle daha uygun tribolojik özelliklere sahip yüzeylerin elde edilebildiği belirtilmiştir [88]. AISI H13 çeliklerinin mekanik ve tribolojik özelliklerinin daha fazla iyileştirilmesi için çeşitli kaplamalar bu çeliklerin yüzeylerine uygulanmıştır. İlk zamanlar TiN kaplamalar fiziksel buhar biriktirme yöntemleriyle AISI H13 kalıp çeliğinin yüzeyine uygulanmıştır. Yapılan bir çalışmada FBB yöntemiyle kaplanmış AISI H13 kalıp çeliğinin nitrürleme uygulanmış numuneye göre daha fazla aşınma direncine sahip olduğu rapor edilmiştir [89]. Yapılan başka bir çalışmada, yüzeye kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile TiC ve TiN kaplanmış ve kaplamaların nitrürlenmiş yüzeye oranla çok daha iyi bir aşınma davranışı sergilemekte olduğu belirtilmiştir [90]. Ancak bu kaplamaların 400°C'nin üzerinde oksitlenme dayanımlarının düşük olmasından dolayı TiN kaplamalara çeşitli alaşım elementleri eklenerek başka kaplamalar geliştirilmiştir. Bunlardan en yaygın olanı Al elementinin eklendiği TiAlN kaplamalardır. TiAlN kaplamalar yüksek sıcaklıkta yüzeylerinde oluşan Al₂O₃ koruyucu oksit tabaka sayesinde pek çok uygulamada kullanılabilirler. Ancak bu kaplamaların en büyük dezavantajı AlN bileşiğinin taban malzemeye yapışma dayanımının düşük olmasıdır. Bu nedenle gerek adezyon dayanımını artırmak gerekse aşınma dirençlerinin daha fazla iyileştirmek için yapıya Cr eklenmiştir. AISI H13 çeliği yüzeyine kaplanmış olan TiAlCrN kaplamaların, TiAlN ile karşılaştırıldığında iki kat daha fazla takım ömrü davranışı sergilediği ifade edilmiştir [54]. Başka bir çalışmada TiAlN kaplamasına Cr eklenmesiyle sertlik ve aşınma direncinin TiAlN kaplamasından daha yüksek olduğu ifade edilmiştir [91]. Yapılan başka bir çalışmada, AISI H13 çeliği üzerine CrAlN ince filmi radyo frekans manyetik sıçratma yöntemiyle kaplanmış ve incelemeler sonucunda, kalıp yüzeyinin korozyon dayanımının önemli ölçüde artmakta olduğu, yüzey sertliğinin 30 GPa değerine kadar yükseldiği ve kaplama tabakasının adezyon direncinin 59N değerlerine yükselmiş olduğunu tespit edilmiştir [92]. Yapılan başka bir çalışmada aynı kalıp malzemesi üzerine TiN, CrN, (Ti, Al)N ve TiB₂ gibi malzemeler PVD yöntemiyle kaplanarak özellikler incelenmiştir. (Ti, Al)N ya da TiB₂ kaplamaların, kaplanmamış numuneye göre servis ömrünü artırdığı belirtilmiştir [93]. Diğer bir çalışmada Cr_{1-x}Zr_xN ince filmi kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi ile kaplanarak Zr elementinin miktarının artmasıyla daha yoğun ve kompakt bir yapı elde edildiği, yüzey sertliğinin 34GPa değerine kadar yükseldiği ve aşınma davranışının CrN kaplama ile karşılaştırıldığında büyük oranda iyileşmiş olduğu ifade edilmiştir [94]. Tespit edilen bu iyileşmelerin kaplama içerisinde oluşan katı çözeltiler sertleşmesi etkisiyle bu seviyelere erişmiş olduğu düşünülmüştür [94]. Başka bir çalışmada kapalı alan dengesiz

manyetik alanda sıçratma yöntemiyle $Al_{1-x}Cr_xN$ kaplanarak elde edilen yüzeyin sertlik değerinin kaplama tabakasındaki Cr oranına bağlı olarak 31-41 GPa arasında değişmekte olduğu belirtilmiştir [95].

Yapılan literatür incelemeleri sonucunda (Ti, Al, Cr)N elementlerinin ikili, üçlü ve dörtlü bileşimlerini içeren kaplamaların AISI H13 çeliğinin yapısal özelliklerini ve mekanik özelliklerini belirli seviyeye kadar iyileştirdiği ancak yüksek sıcaklık aşınma dayanımını yeterince iyileştirmediği görülmüştür. Bu nedenle bu çalışmada ekstrüzyon kalıplarında yaygın bir şekilde kullanılan AISI H13-X40CrMoV5-1 (1.2344) sıcak iş takım çeliği yüzeyine yüksek sıcaklık ortamlarındaki hem termal kararlılığını hem de aşınma direncini artırmak için Nb elementi eklenerek AISI H13 kalıp çeliğinin servis ömrünün artırılması amaçlanmıştır. Bu çalışmada ayrıca kaplamaların yapısına önemli derecede etki eden kaplama parametrelerinden bias gerilimi, çalışma basıncı, görev zamanı ve darbe frekansı gibi parametrelerin TiAlCrNbN kaplamasının yapısal, mekanik ve hem oda sıcaklığında hem de yüksek sıcaklıkta ki sürtünme ve aşınma davranışlarına etkileri Taguchi deney tasarımı yöntemi ile incelenerek ekstrüzyon işlemi sıcaklığında ki uygulamalar için en uygun kaplama parametrelerinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Kaplama İşlemleri Öncesi Numunelerin Hazırlanması

Deney çalışmalarında taban malzeme olarak kullanılacak AISI H13 sıcak iş takım çeliği ticari olarak satın alınmıştır. Satın alınan çelik uygun boyutlara (35 mm çap ve 8 mm kalınlık) getirilerek deney numunelerinin işlem görmemiş hali elde edilmiştir. Disk haline getirilen malzemeler, literatüre [96] uygun olarak, 620°C de gerilme giderme tavına tabi tutulduktan sonra 1034°C’de ostenitleştirilip sonrasında yağda soğutulularak sertleştirilmiştir. Ardından sırasıyla 500 ve 600°C’de tekrarlı olarak menevişleme işlemine tabi tutulup, 550°C sıcaklık seviyesinde tekrar gerilim giderme işlemi uygulanmıştır. Bu işlemler sonucunda hazırlanan numunelerin sertlikleri ortalama 53 RSD-C değerinde elde edilmiştir. Sertleştirilen, menevişlenen ve gerilme giderme işlemine tabi tutulmuş olan numunelerin yüzeyleri kaplama işlemleri için zımparalama ve parlatma işlemlerine tabi tutulmuştur. Parlatma işleminde uygulanan yük 50N olup, 10 dakika süreyle gerçekleştirilmiştir. Daha sonra numuneler çözücü (Alkol+Aseton) içerisinde ultrasonik olarak 10 dakika süre ile temizlenmiştir. Yapılan bu işlemler sonucunda hazırlanan numunelerin yüzeyinde ortalama yüzey pürüzlülük değeri $0,05\mu\text{m} \pm 0,002$ olarak ölçülmüştür.

2.2. Kaplama İşlemlerinde Kullanılan Yöntem

Tezde ön görülen kaplama malzemesini AISI H13 çeliği yüzeyine kaplamak için darbeli DC kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntemde dört tane mıknatısla kapalı bir manyetik alan oluşturulup plazmanın manyetik alan çizgileri içerisinde kalarak numune yüzeyine daha iyi nüfuz etmesi sağlanmıştır. Sistemin dengesiz olması, mıknatıslardan uzakta plazma oluşumunu sağlamak içindir. Bu plazma taban malzemesini daha yoğun ve sıkı bir yapıya sahip olmasını sağlayan iyon bombardımanı için gerekli, reaktif kaplama işleminde ise reaktif gazları aktif hale getiren iyonları sağlar. Bu tekniğin en önemli avantajlarından biri; numune yüzeylerine yük birikmesinden kaynaklanan ark oluşumu az olmasıdır. Böylece daha homojen ve kararlı bir kaplamanın oluşması sağlanır. Ayrıca hedef malzemenin zehirlenmesi denilen olumsuzlukta bu yöntemde daha az meydana gelir. Bu yöntemde elementel hedef kullanılması daha fazla

parametrenin kontrolüne olanak sağlar [97]. Diğer avantajları şöyledir; kaplama oranı yüksek, plazmada hedef malzeme yüzeyine hapsolması daha yüksek ve iyonlaşma verimliliği daha iyi, taban malzemenin ısınması daha düşüktür. Darbeli DC manyetik alanda sıçratma yönteminde 50-250 kHz gibi düşük frekans değerlerinde kaplama işlemi gerçekleştirilebilmektedir. Bu yöntemde uygulanan deşarj voltajı genellikle yüksek negatif voltaj ile düşük pozitif voltaj döngüleri arasındadır. Döngüde negatif voltaj, katodu iyon bombardımanına tutar yani sıçratma işlevini görür. Düşük pozitif voltaj ise elektronları çekerek şarj oluşmasını engeller.

2.3. Kaplama İşlemleri İçin Deney Tasarımı

Günümüzde kaplama özelliklerinin kaplama esnasında oluşan yapılar tarafından belirlendiği bilinmektedir. Kaplamalarda ortaya çıkan yapılar kaplama işlemindeki pek çok parametreye bağlı olarak gelişmektedir. Bu parametrelerden en önemlileri; hedef malzeme akımı, taban malzeme (bias) gerilimi, taban malzeme iyon akım yoğunluğu, taban malzeme sıcaklığı, taban malzeme ile hedef malzeme arasındaki mesafe, sıçratma gazlarının toplam basıncı, reaktif gazın kısmi basıncı, pompalama sisteminin boşaltma hızı, sıçratma gazlarının sisteme giriş yeri, hedef ve taban malzemelerinin yerleştirilme şekli ve yeri, çalışma frekansı ve görev zamanı şeklinde sayılabilir. Kaplama işleminde etkin olan bu parametreler birbirleriyle sürekli etkileşim halinde bulunurlar. Dolayısıyla bu parametrelerden oluşturulan her bir kombinasyon kendine özgü ayrı bir mikro yapı meydana getirir. Bu nedenle pratik olarak bu parametrelerden herhangi birini diğerlerinden bağımsız olarak düşünerek kaplamanın yapısı istenen şekle getirmek mümkün olmamaktadır [98].

Kaplamaların özelliklerine tesir eden kaplama parametrelerinin etkilerinin araştırılmasında parametrelerden birinin değişken olarak seçilip diğerlerinin sabit tutulduğu geleneksel yöntem yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Ancak bu durum, daha iyi kaplama elde edebilmek için pek çok parametrenin muhtemel bütün varyasyonlarının denenmesi uzun çalışma zamanı ve yüksek maliyet gerektiren bir çalışmayı zorunlu kılmaktadır. Bu gibi durumlarda geliştirilen deney tasarımı yöntemleri (design of experiment method, DOE) pek çok değişkenin aynı anda dikkate alınarak karmaşık proseslerin optimize edilmesini sağlayan güçlü bir teknik olarak kullanılmaktadır [99]. Deney tasarımı yöntemleri arasında Taguchi yöntemi, deneylerin tasarımında kullanılan en yaygın metotlardan birisidir. Bu yöntemde, birkaç parametrenin aynı anda değiştirilmesiyle gerçekleştirilen deneylerden elde

edilen sonuçlar Sinyal/Gürültü (S/N) oranına dönüştürülerek incelenmektedir. Burada sinyal (S) ölçülmek istenen gerçek değeri, gürültü (N) ise ölçülen değer içerisinde istenilmeyen faktörlerin etkinliğini ifade etmektedir [100]. Elde edilen S/N grafiklerinden herhangi bir parametrenin etkin olup olmadığı gözlemlenebilir. Ayrıca elde edilen S/N oranları kullanılarak delta istatistiğine dayanan etki dereceleri hesaplanabilmektedir. Delta istatistiği aynı seviyenin S/N ortalamalarının en büyüğünün en küçüğünden çıkartılmasıyla bulunmaktadır. Etki derecesi delta değerleri kullanılarak belirlenmektedir. Bu kapsamda Taguchi yönteminde S/N oranları daha küçük değer daha iyi, daha büyük değer daha iyi ve nominal değer daha iyi olma üzere üç ayrı değerlendirme ölçütü ile analiz edilmektedir.

Bu çalışmada deney tasarımı için $L_9(3^4)$ ortogonal dizin kullanılmıştır. Ortogonal dizindeki her deneydeki veriler S/N olarak adlandırılan istatistiki ölçümün performansını veren oranla analiz edilmiştir. Kaplamaların özelliklerine etki eden parametrelerinin önemlilik seviyesini belirlemek için ANOVA (Analysis of Variance) analizi kullanılmıştır.

Çalışmada değişken dört parametre seçilmiştir. Bu parametreler taban malzemeye uygulanan bias gerilimi, çalışma basıncı, darbe frekansı ve görev zamanıdır. Yapılan pek çok çalışmada taban malzemeye uygulanan bias gerilimi kaplamaların büyümesi, mikro yapısının oluşması ve diğer özelliklerinde önemli rol oynadığı ifade edilmiştir [71, 101-104]. Yüksek enerjili iyon ve atomların büyüyen kaplama üzerine çarpmaları film üzerinde birçok farklı etki oluşturmaktadır. Burada yüksek enerjili iyonlar taban malzeme üzerindeki atomlarla çarpışarak sahip oldukları kinetik enerjiyi yüzeydeki atomlara transfer ederler. Böylece yüzeydeki atomları hareket ettirerek daha düşük enerjili yerlere (daha kararlı) yerleşmelerini sağlayarak kaplamaların daha kararlı büyümesini sağlarlar. Artan iyon bombardımanı geri sıçratma ve ileriye sıçratma şeklinde iki farklı etkiye neden olur. Bu şekilde kaplamada kolonlu taneler arasında oluşabilecek boşluklar doldurularak film yoğunluğunun artması sağlanır. Diğer bir durum ise iyon bombardımanı tane büyümesini sınırlandırarak çekirdek oluşum bölgelerini artırıp böylece ince taneli kristal yapıların oluşmasına olanak sağlamasıdır. İleri sıçratma mekanizması kaplama içerisinde ara yer bölgelerinin oluşmasına neden olarak kaplamaların bası kalıntı gerilmelerinin artmasına neden olur. Bu artış iki sonuç doğurur. Birinci olarak kaplamaların sertliğini artırır ikinci olarak kaplama kalınlığını arttırıcı etki meydana getirirken kaplamaların yüzeye tutunma kabiliyetini azalmasına neden olur [101].

Yapılan çalışmalarda hedefe uygulanan darbe frekansı ve görev zamanı da üretilen kaplamaların pek çok özelliği üzerine etkilediği ortaya konulmuştur [101, 105-107]. Mandal ve

arkadaşları hedef malzemeye uygulanan frekansın artmasıyla kaplama kalınlığının arttığını rapor etmişlerdir [73]. Hsiao ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada sabit frekansta görev çevriminin azalmasıyla en üst güç yoğunluğuna ulaşıldığını ifade edilmiştir [72]. Raoufi ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışma da görev çevriminin artmasıyla birlikte TiN kaplamasının sertliğinin azaldığı ifade edilmiştir [108].

Bu çalışmada literatür incelemeleri ve laboratuvarda yapılan daha önceki çalışmalar dikkate alınarak kaplama parametreleri belirlenmiştir. Yapılan pek çok çalışmada Ti esaslı kaplamalara Al eklenerek yapısal ve mekanik özelliklerin geliştirilmiş olduğu ayrıca oksit oluşum başlama sıcaklığını arttırdığı ifade edilmiştir [32, 109, 110]. Yapıya Cr eklenmesinin hem korozyon direncini hem de sürtünme ve aşınma özelliklerini iyileştirdiği ortaya konulmuştur. Önceleri süper iletken malzeme olarak daha çok kullanılan ve özellikleri araştırılan Nb elementi [111] ve NbN bileşiğinin [112], son yıllarda yapılan araştırmalar neticesinde dikkate değer mekanik ve tribolojik özelliklere, yüksek ergime noktasına, ısı kararlılığına ve yüksek elektrik iletkenliğine sahip olduğu ifade edilmiştir [113-116]. Bu nedenle bu çalışmada Ti, Al, Cr, Nb geçiş metalleri hedef malzeme olarak, N ise reaktif gaz olarak seçilmiştir. Böylelikle planlanan kaplama tabakasında Ti, Al, Cr ve Nb elementlerinin azotlu bileşiklerinin yüksek sertliklerinin yanında özellikle Nb'un yüksek sıcaklıktaki termal kararlılığı arttırıcı etkilerinden yararlanılmak amacıyla söz konusu bileşim kombinasyonu tasarlanmıştır.

2.4. Kaplama İşlemleri

Çalışma için belirlenen TiAlCrNbN dereceli (graded) kompozit filmlerin üretilmesi için kullanılacak kaplama parametreleri, Tablo 2'de gösterildiği gibi Taguchi $L_9(3^4)$ deney tasarımı ile belirlenmiştir. Kaplama işlemlerinin gerçekleştirildiği düzenek Şekil 8a'da verilmiştir. Kaplama işlemlerinin yapılması için Al, Nb, Cr ve Ti olmak üzere ayrı ayrı 4 hedef malzeme kullanılmıştır. Hedef malzemeler Şekil 8b'de gösterildiği gibi sisteme yerleştirilmiştir.

Tablo 2. TiAlCrNbN dereceli kompozit film kaplama parametreleri

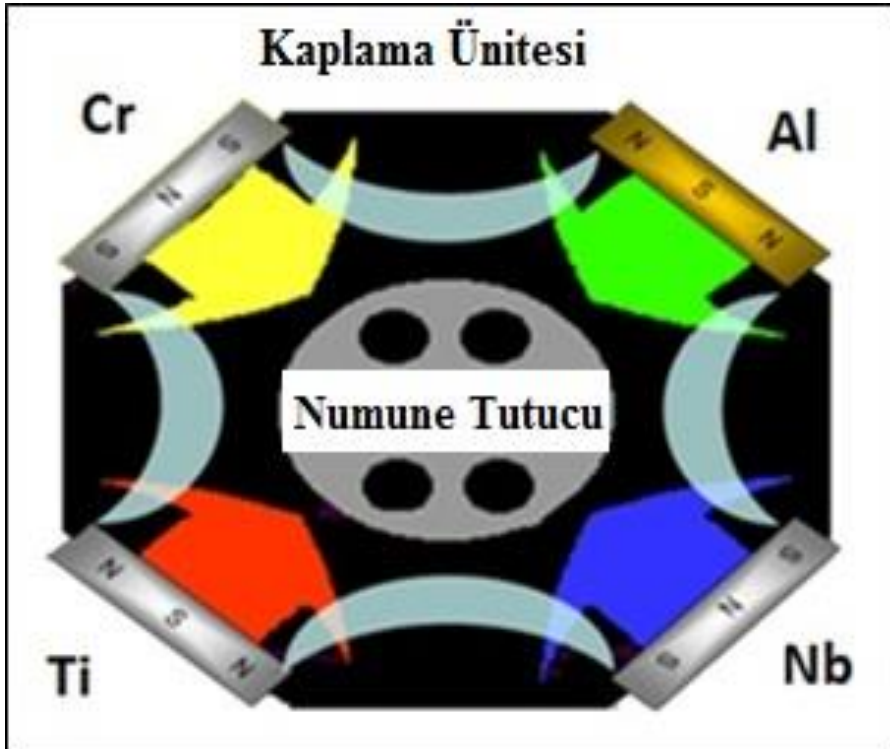
| Değişken Parametreler | | Seviyeler | | |
|------------------------|------------|--------------------|----------------------|--------------------|
| | | 1 | 2 | 3 |
| Darbe Frekansı | (kHz) | 100 | 150 | 200 |
| Görev zamanı | (μ s) | 0.5 | 1.5 | 2.5 |
| Taban Malzeme Gerilimi | (-V) | 50 | 75 | 100 |
| Çalışma Basıncı | (Torr) | 2×10^{-3} | $2,5 \times 10^{-3}$ | 3×10^{-3} |

| Sabit Parametreler | |
|-----------------------------------|-------------------|
| Hedef Akımları; Ti / Al / Cr / Nb | (A) 6 / 2 / 5 / 5 |
| Ara Tabaka İçin Ti Hedef Akımı | (A) 6 |
| Kaplama Süresi | (dk.) 60 |

| Kaplama Numarası | Frekans (kHz) | Görev zamanı (μ s) | Bias Gerilimi (-V) | Çalışma Basıncı (Torr) |
|------------------|---------------|-------------------------|--------------------|------------------------|
| R1 | 100 | 0,5 | 50 | 2×10^{-3} |
| R2 | 100 | 1,5 | 75 | $2,5 \times 10^{-3}$ |
| R3 | 100 | 2,5 | 100 | 3×10^{-3} |
| R4 | 150 | 0,5 | 75 | 3×10^{-3} |
| R5 | 150 | 1,5 | 100 | 2×10^{-3} |
| R6 | 150 | 2,5 | 50 | $2,5 \times 10^{-3}$ |
| R7 | 200 | 0,5 | 100 | $2,5 \times 10^{-3}$ |
| R8 | 200 | 1,5 | 50 | 3×10^{-3} |
| R9 | 200 | 2,5 | 75 | 2×10^{-3} |



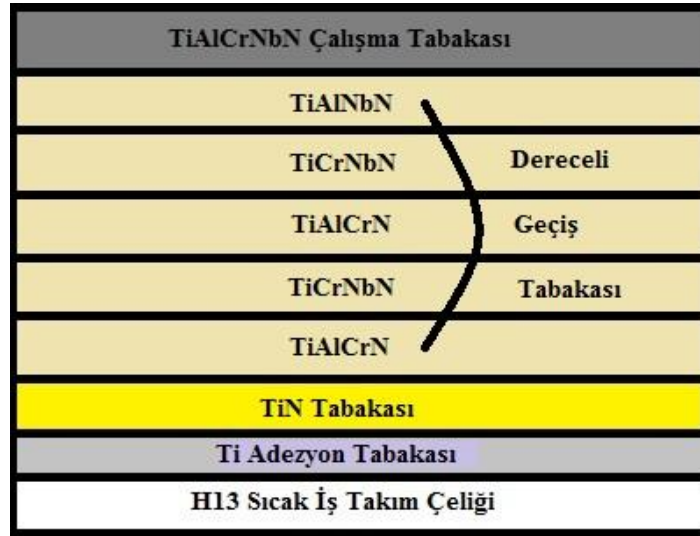
a)



b)

Şekil 8. a) Darbeli DC kapalı alan manyetik alanda sıçratma sisteminin fotoğrafı,
b) Hedef malzemelerin yerleştiriliş biçimi

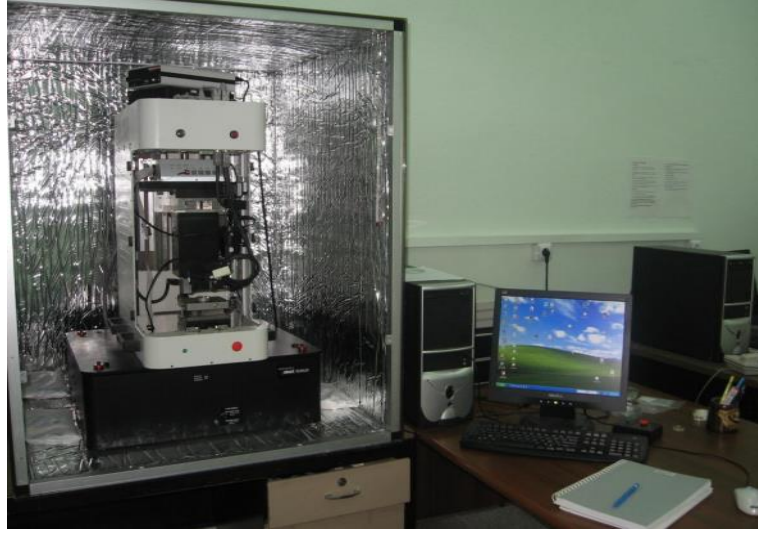
Kaplama işlemi öncesi, taban malzeme yüzeyinde oluşabilecek kirlilikleri gidermek amacıyla 30 dakika süre ile iyon temizleme işlemi gerçekleştirilmiştir. İyon temizleme için argon soy gaz atmosferi kullanılmıştır. Çalışmada optimum özelliklere sahip kaplamanın üretilebilmesi için yüzeyi metalografik işlemlerle hazır hale getirilmiş AISI H13 çeliği üzerine uygulanan iyon temizleme işleminden sonra kaplama ile taban malzeme arasındaki adezyonu artırmak ve daha güçlü bağlanmayı sağlamak, film-taban malzeme ara yüzeyinde oluşacak artık gerilmeleri azaltmak, yük taşıma kapasitesini ve oksitlenme direncini artırmak amacıyla 3 dakika süre ile Ti ara tabakası kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Ardından yüksek sıcaklık nedeniyle biriken ısıl kalıntı gerilmeleri azaltmak için kimyasal bileşimi sürekli olarak değişen yapıda 10 dakika süreli adımlarla TiN, TiAlCrN, TiCrNbN, TiAlCrN, TiCrNbN ve TiAlCrNbN tabakaları numune yüzeyine Şekil 9'daki gibi kaplanmıştır. Söz konusu kaplamaların gerçekleştirilmeleri sırasında yapısal incelemelerde kullanılmak üzere çelik numuneler ile aynı ortama cam levha altlıklar yerleştirilmiş ve bu altlıklar üzerine de aynı kaplamaların biriktirilmesi sağlanmıştır.



Şekil 9. TiAlCrNbN kaplamasının tasarım şekli

2.5. Sertlik Ölçümü

TiAlCrNbN dereceli olarak üretilen kompozit yapılı kaplama filmlerinin sertlik ölçümleri elde edilen kaplamaların 2-4 μm 'lik kalınlık aralığına sahip olmalarından dolayı taban malzemenin etkisini azaltmak için nanosertlik test yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Bu amaç için kullanılan nanosertlik cihazının fotoğrafı Şekil 10'da verilmiştir.



Şekil 10. Nano sertlik ölçüm cihazı

2.6. Yapısal İncelemeler

Kaplamaların yapısal özelliklerinin incelenmesi için cam levha altlık üzerine kaplanmış numuneler kullanılmıştır. Bu incelemeler, $\lambda=1,5405 \text{ \AA}$ dalga boyuna sahip CuK_{α} radyasyon kaynaklı X-ray Difraktometre cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir numune, $2\theta = 5 - 110^{\circ}$ tarama aralığında, 3 derece/dakika tarama hızında ve 0,05 derece tarama adımında incelenmeye tabi tutulmuştur. Kaplamalardan elde edilen X-ışını grafikleri, JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pik dosyaları ve literatür ile karşılaştırılarak değerlendirilmiştir.

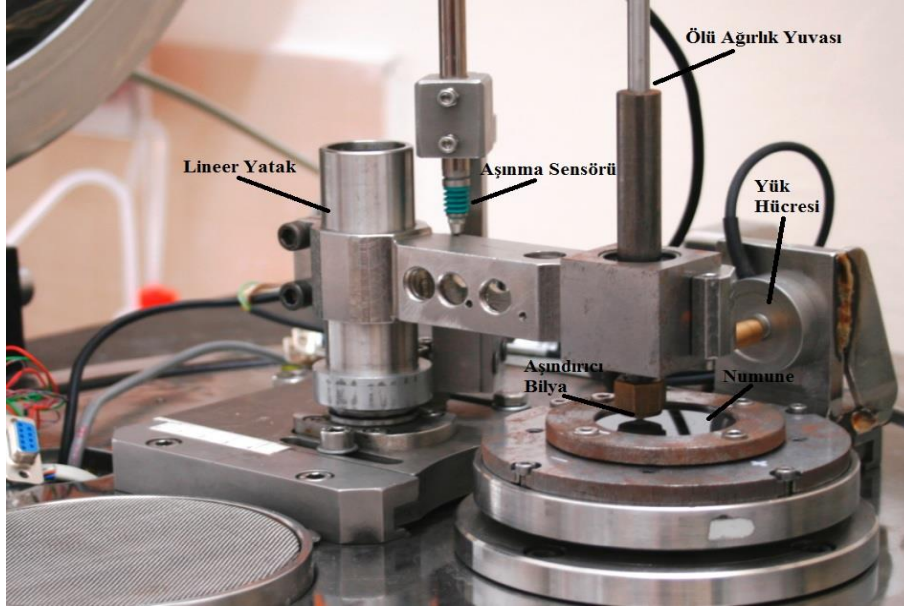
Kaplamaların mikro yapısal özellikleri, kalınlıkları, kimyasal bileşim analizleri, aşınma yüzeyi fotoğrafları taramalı elektron mikroskobu ve EDS yöntemi kullanılarak karakterize edilmiştir.

2.7. Adezyon Deneyleri

AISI H13 taban malzeme yüzeyine kaplanan TiAlCrNbN dereceli kompozit kaplamaların adezyon dayanımlarını belirlemek için çizik deneyi (scratch resistance) test cihazı kullanılmıştır. Söz konusu cihaz CSM firması tarafından imal edilmiş olan Revetester model çizik deneyi ölçüm cihazıdır. Ölçümler için uç çapı 200 µm olan standart Rockwell C tip batıcı uç kullanılmıştır. Deneylerin gerçekleştirilmesinde 10 mm/dk kayma hızı ve 100N/dk'ya kadar arttırılan yük değeri kullanılarak ölçülmüştür. Deney sonucunda elde edilen çizikler SEM ile görüntülenerek karakterize edilmiştir.

2.8. Sürtünme ve Aşınma Deneyleri

Üretilen kaplamaların tribolojik özelliklerinin belirlenmesinde endüstriyel uygulama koşulları dikkate alınarak atmosfer ve yüksek sıcaklık ortamları kullanılmıştır. Atmosfer ortamındaki tribolojik özellikler Şekil 11'de verilen DUCOM firmasına ait ball-on-disk deney düzeneği kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yüksek sıcaklık ortamındaki deneyler ise CSM firmasına ait ball-on-disk deney düzeneği ile gerçekleştirilmiştir. Her iki deney düzeneğinin sonuçlarının birbirleri ile karşılaştırılabilir özellikte olmasını sağlamak için aynı koşullarda ve aynı parametreler kullanılıp düzeneklerin uyumlu oldukları belirlenerek tribolojik deneyler gerçekleştirilmiştir. Söz konusu sürtünme ve aşınma deneylerinin gerçekleştirilmesinde kullanılan çalışma parametreleri Tablo 3'de verilmiştir.



Şekil 11. Triboloji deney düzeneği

Tablo 3. Tribolojik deney parametreleri

| Parametreler | |
|-----------------------------|--|
| Taban Malzeme | AISI H13 |
| Kaplama cinsi | TiAlCrNbN |
| Aşındırıcı Bilye | Al ₂ O ₃ (%99,5 Al ₂ O ₃) 1700VSD |
| Aşındırıcı Bilye Çapı | 6 mm |
| Uygulanan Bilye Yüğü (P) | 2 N |
| Numunenin Çevresel Hızı (V) | 60 mm/s |
| Deney Süresi | 1600 çevrim |
| Test Ortamı | Atmosfer |
| İz Çapı | 10 mm |
| Ortam Sıcaklığı | 20-24°C |
| Bağıl Nem | % 50-58 |

Deney sonrasında aşınma hacimleri, temassız optik profilometre kullanılarak elde edilmiştir. Aşınma oranı ise Formül 1'e göre hesaplanmıştır.

$$W = \frac{W_V}{F_N \times S} \left(\frac{\text{mm}^3}{\text{N.m}} \right) \quad (1)$$

Burada W aşınma oranı, W_V aşınma hacmi, F_N uygulanan yük ve S aşınma mesafesi.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Kaplamaların Yüzey Morfolojilerinin İncelenmesi

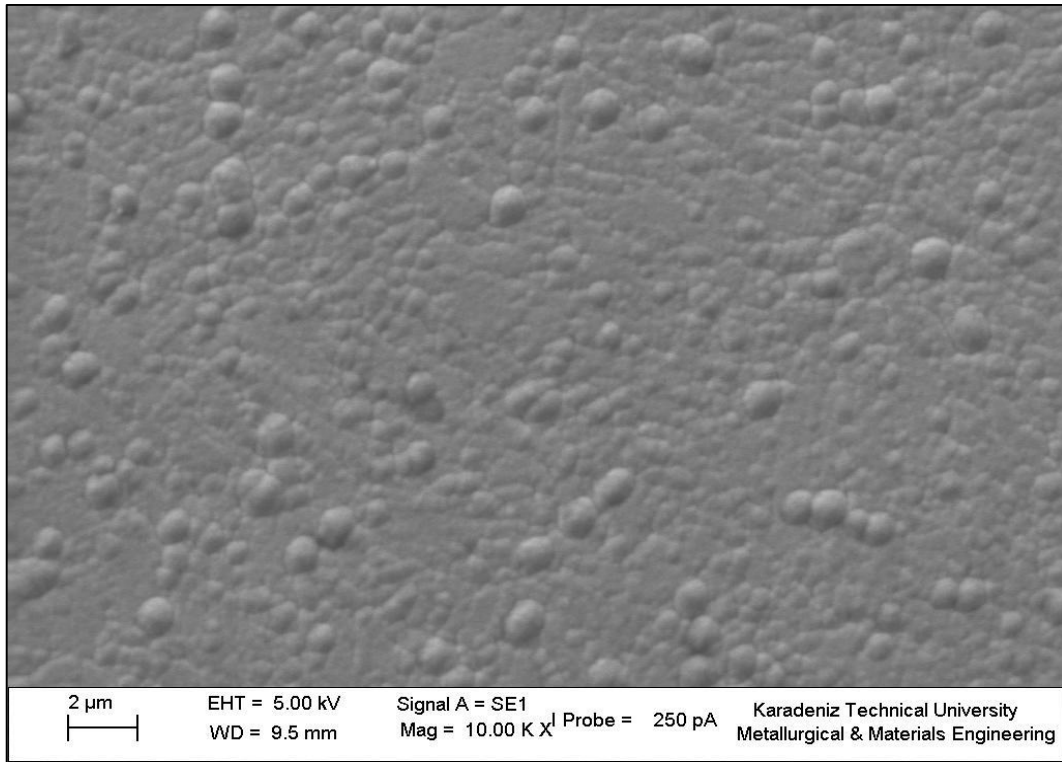
AISI H13 çeliği üzerine TiAlCrNbN kaplanmış numunelerin yüzey özellikleri taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Yapılan incelemeler sonucunda elde edilen yüzey görünümleri Şekil 12-19'da verilmiştir. Genel olarak her kaplama parametresinin, büyütülen kaplama üzerine farklı etkiye sahip olduğu bilinmektedir [117]. Örneğin bias gerilimi arttırıldığında büyütülen filmin oluşumunu sağlayacak atomlar daha yüksek enerjiye sahip olarak parça yüzeyine çarptırıldıklarından dolayı daha yoğun bir yapının oluşmasını sağlarlar [117]. Artan bias gerilimin diğer bir etkisi ise enerjisi artmış iyonların büyümekte olan film tabakasına çarpmaları ile yüzeyde mevcut olarak bulunan atomların geri sıçramalarına neden olarak kaplama hızının azalmasına yol açmasıdır [118]. Bu doğrultuda elde edilen sonuçlar üzerine kaplama parametrelerinin etkisi ayrı ayrı incelenecektir.

Söz konusu numunelerin kaplanmasında, darbe frekansının 100 kHz olduğu R1, R2 ve R3 numunelerinin yüzeylerinden çekilen SEM fotoğrafları Şekil 12-14'de verilmiştir. Özellikle Şekil 12'deki R1 ve Şekil 14'deki R3 numunesinin fotoğrafları incelendiğinde bias voltajı, görev zamanı ve çalışma basıncı parametrelerinin 50 V, 0,5µs ve 2×10^{-3} Torr değerlerinden 100V, 2µs ve 3×10^{-3} Torr değerlerine arttırılmasıyla daha ince taneli bir yapıya sahip kaplamaların elde edildiği görülmüştür. Bias gerilimi arttıkça kaplama tabakasının tanelerinin küçülmesi daha önce yapılmış olan değişik kaplama çalışmalarıyla da uyumlu olmaktadır. Yüksek bias (100 V) ve görev zamanıyla (2,5µs) taban malzeme yüzeyine ulaşan iyonların yoğunluğu artar. Malzeme yüzeyinde daha yoğun iyon bombardımanı ile daha fazla çekirdeklenme bölgeleri oluşarak daha ince taneli yapının meydana geldiği düşünülmüştür. R1 numunesindeki daha büyük tane yapısı oluşması adatomların (absorbe olmuş atomlar) hareketliliğinin daha düşük olmasından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Warcholiski ve arkadaşları farklı bias gerilimleri kullanarak yapmış oldukları kaplama tabakaları üzerindeki incelemeleri sonucunda bias geriliminin artmasının iyon hareketliliğini arttırdığını ifade etmişlerdir [119]. Aynı çalışmada daha yüksek enerjili atomların yüzey bölgesindeki taneler arası boşluklara yüksek enerjili iyon bombardımanı ile difüzyon olarak daha yoğun bir yapının oluşmasını ve tanelerin küçülmesini sağlayacaklarını ifade edilmiştir [119]. Aynı sonuç Yu ve arkadaşlarının [120]

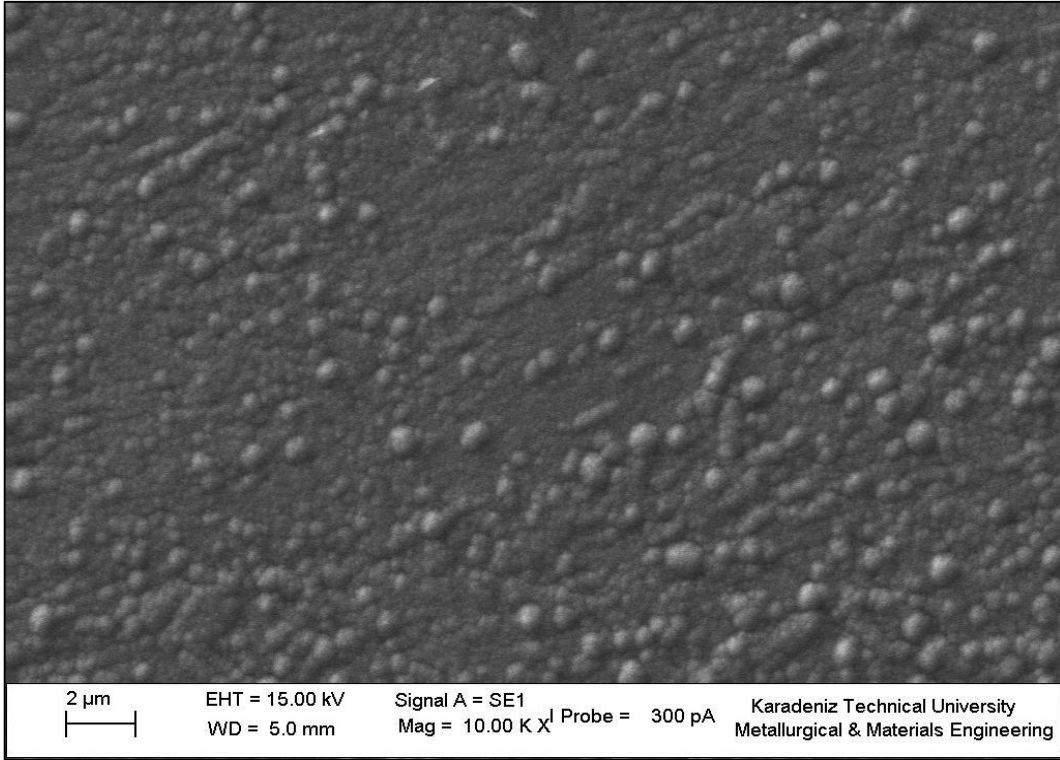
yapmış olduğu çalışmada da yine bias gerilimin artmasıyla birlikte adatomların hareketliliğinin arttığı ve böylece yüksek hareketliliğe sahip adatomlar taneler arası boşluklara girmesiyle daha yoğun bir yapının oluşmasını sağladığı şeklinde ifade edilmiştir. Görev zamanı açısından sonuçlar değerlendirildiğinde; düşük görev zamanlarında taban malzeme yüzeyine daha düşük enerjiye sahip iyonlar gelmekte iken, görev zamanının artmasıyla taban malzeme yüzeyine daha yüksek enerjiye sahip iyonların gelmesi sonucunda daha düzgün ve ince taneli bir yapı elde edilmiştir. Lugscheider ve arkadaşları da görev zamanı artıkça daha ince yapılı yüzey elde edildiğini ifade etmiştir [107]. Çalışma basıncı açısından şekiller değerlendirildiğinde; Artan çalışma basıncı ile ortamda bulunan atomların serbest yolları azalmış, daha fazla atomun çarpışması ile daha fazla iyonla sahip bir plazma elde edilmiştir. Özellikle Şekil 13 de verildiği gibi en yüksek çalışma basıncına sahip R3 numunesinde, yoğun plazmaya uygulanan bias gerilimi ile birlikte daha fazla iyon kaplamaya yönlendirilmiş böylece boşluksuz sıkı düzenli bir kaplama tabakası elde edilmiştir.

Darbe frekansının 150 kHz olarak sabit tutulduğu R4, R5 ve R6 numunelerinin yüzeylerinden çekilen SEM fotoğrafları Şekil 15-17'de verilmiştir. En düşük çalışma basıncına ve en yüksek bias gerilimine sahip olarak üretilen R5 numunesinin Şekil 16'daki yüzey görünümü incelendiğinde; ince taneli bir morfolojiye sahip olduğu görülmektedir. Bu durum, R5 numunesinin en yüksek bias voltajına ve en düşük çalışma basıncına sahip olması nedeniyle biriktirilen atomların taban malzeme yüzeyine hareketleri sırasında çarpışabilecekleri gaz atomlarının daha az miktarda olmasıyla ilişkili olabileceği düşünülmüştür [121]. Bu sayede buharlaştırılan atomlar daha yüksek basınçlı ortamlarındaki atomlara oranla daha yüksek enerjiye sahip olarak taban malzeme yüzeyine erişmektedirler. Böylece yüzeydeki adatomların hareketliliğinin artırılması sağlanarak daha fazla çekirdeklenme bölgeleri bulunup daha ince tane boyutuna sahip olan bir yapı elde edilmiştir. 75 V bias gerilimine sahip olan R4 ve 50 V bias gerilimine sahip olan R6 numunelerinin yüzeylerine bakıldığında her iki yüzeyin tane yapısının izafi olarak 100 V bias gerilimine sahip olan R5 numunesinin yüzeyine göre daha iri yapıda oldukları Şekil 15 ve 17'den görülmektedir. Bu durumun bu numunelerde azalan bias ile birlikte meydana gelen daha az çekirdeklenme bölgelerinin oluşması neticesinde meydana geldiği düşünülmüştür. Azalan bias gerilimi ile birlikte çekirdeklenme yoğunluğunun azaldığı ifade eden pek çok çalışmayla bu çalışmada elde edilen bulgular uyumludur [120, 122].

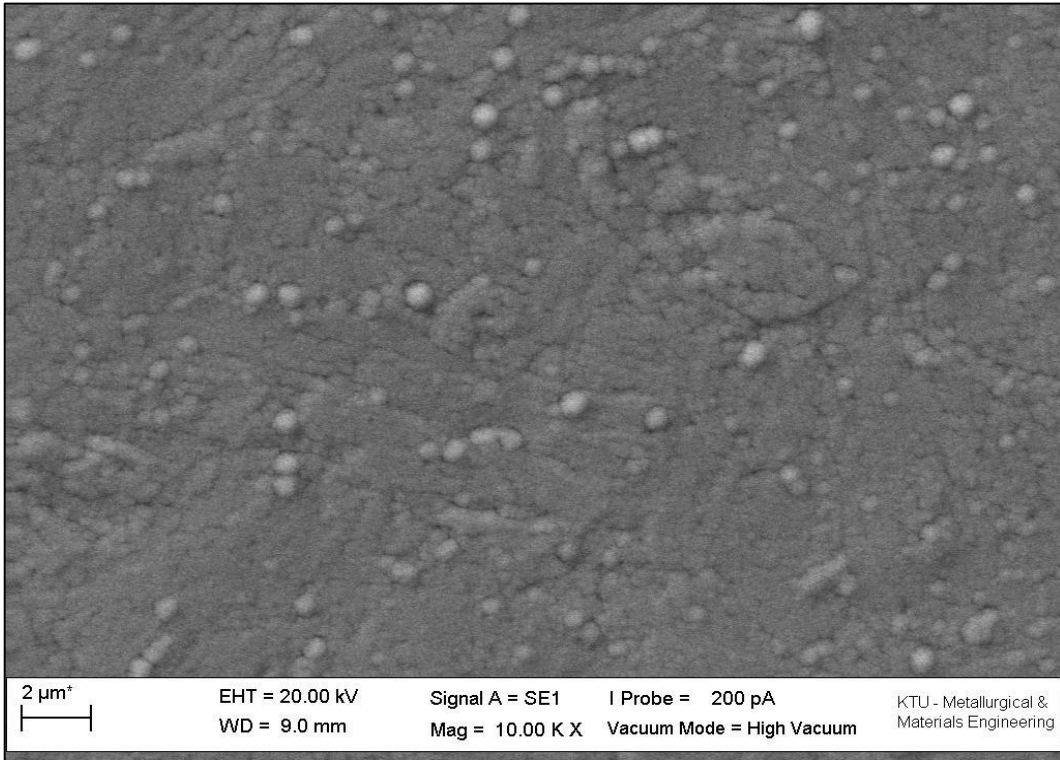
Darbe frekans deęerinin 200 kHz olarak sabit tutulduęu R7, R8 ve R9 numunelerinin yzey grnmleri Őekil 18-20’de verilmiřtir. Őekil 18 incelendięinde R7 numunesinin yzeyi dięer numune yzeylerine oranla daha ince taneli bir yapıda olduęu grlmektedir. Kaplama parametrelerine bakıldıęında bu numunenin en yksek negatif bias gerilimine sahip olduęu grlmektedir. Kelly ve arkadařları bias gerilimin artmasıyla daha yoęun kaplama tabakası elde ettiklerini rapor etmiřlerdir [123]. En dřk bias gerilimine ve en yksek alıřma basıncına sahip R8 numunesinin yzey morfolojisine bakıldıęında ise iri taneli bir yapıya sahip olduęu grlmektedir. Bu durum dřk bias voltajı ve yksek alıřma basıncıyla taban malzeme yzeyine gelen iyonların daha dřk enerjiye sahip olması ve daha az sayıda ekirdeklenme blgeleri oluřturmasıyla ilgili olduęu dřnlmektedir. Ayrıca, iyonların enerjisinin dřk olması adatomların hareketlilięinin azalmasının etkisiyle daha az yoęun bir yapının elde edilerek daha iri taneli bir yapının oluřmasına katkıda bulunduęu dřnlmektedir. R9 kaplama Őartlarıyla retilen numunede ise alıřma basıncının dřk olması ve bias geriliminin R8 numunesine gre daha yksek olmasından dolayı nispeten daha ince taneli bir yapıya sahip olduęu grlmřtr.



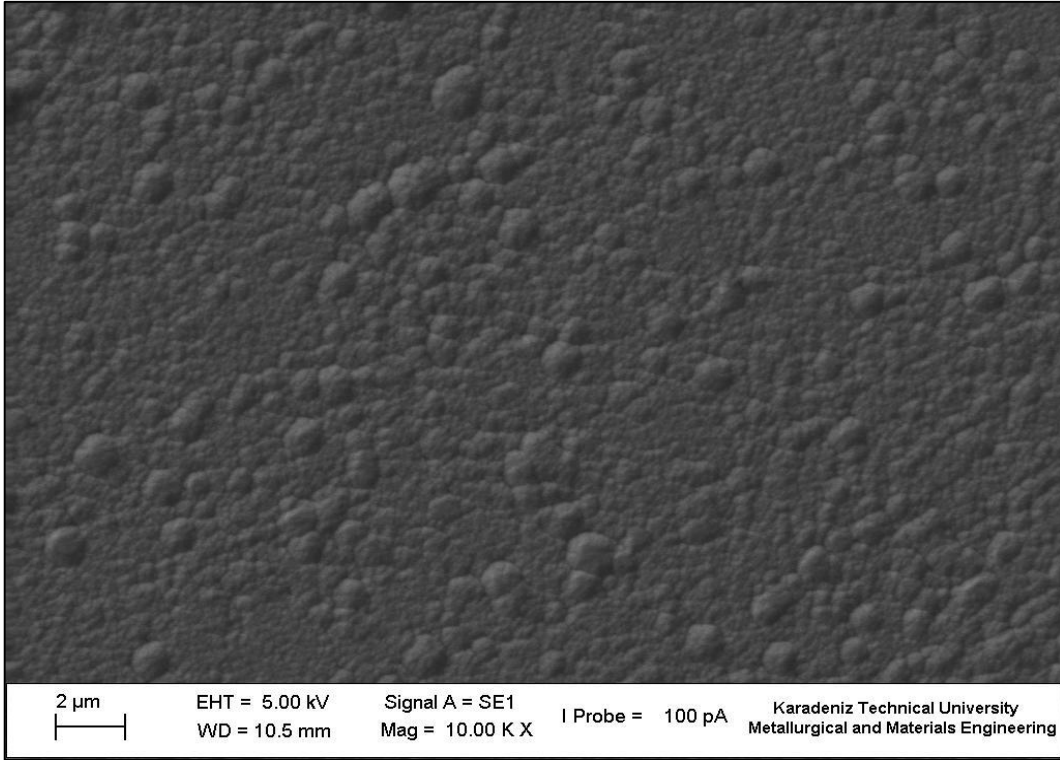
Őekil 12. R1 numunesinin SEM yzey grnm



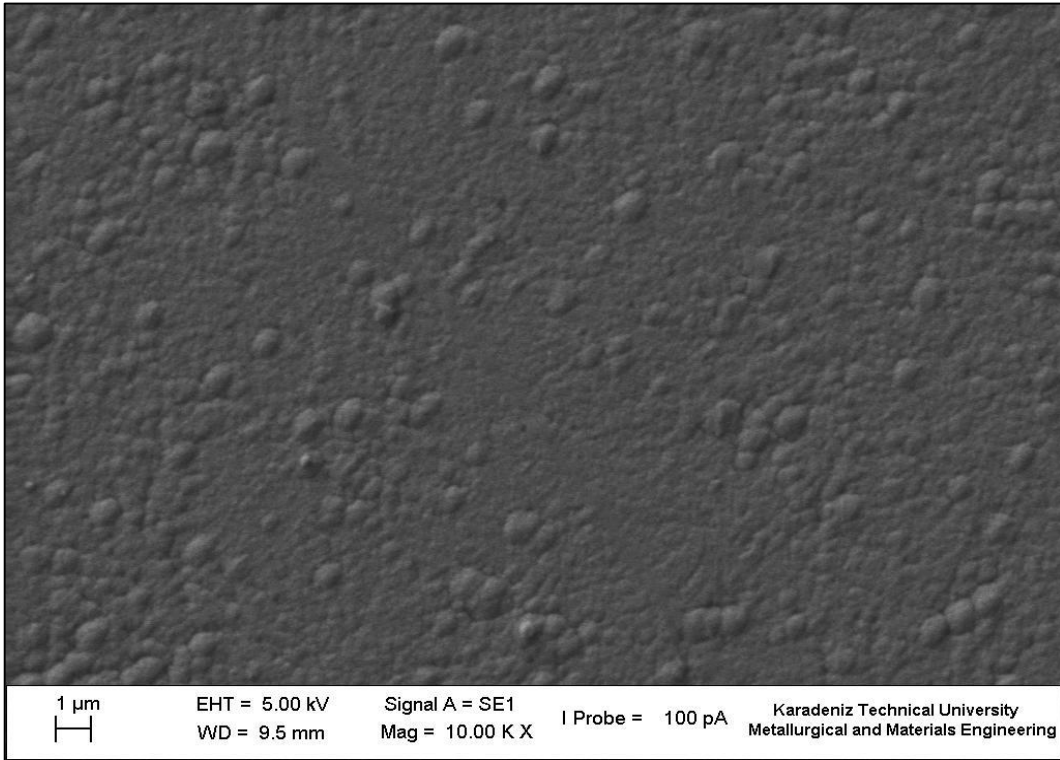
Şekil 13. R2 numunesinin SEM yüzey görünümü



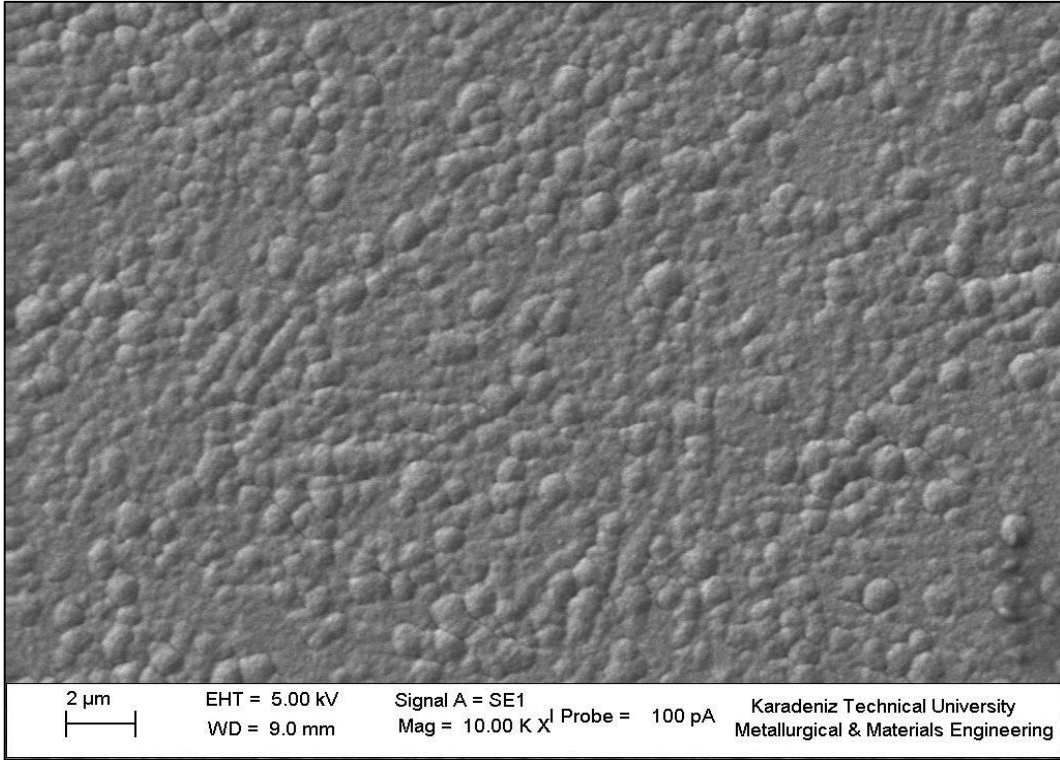
Şekil 14. R3 numunesinin SEM yüzey görünümü



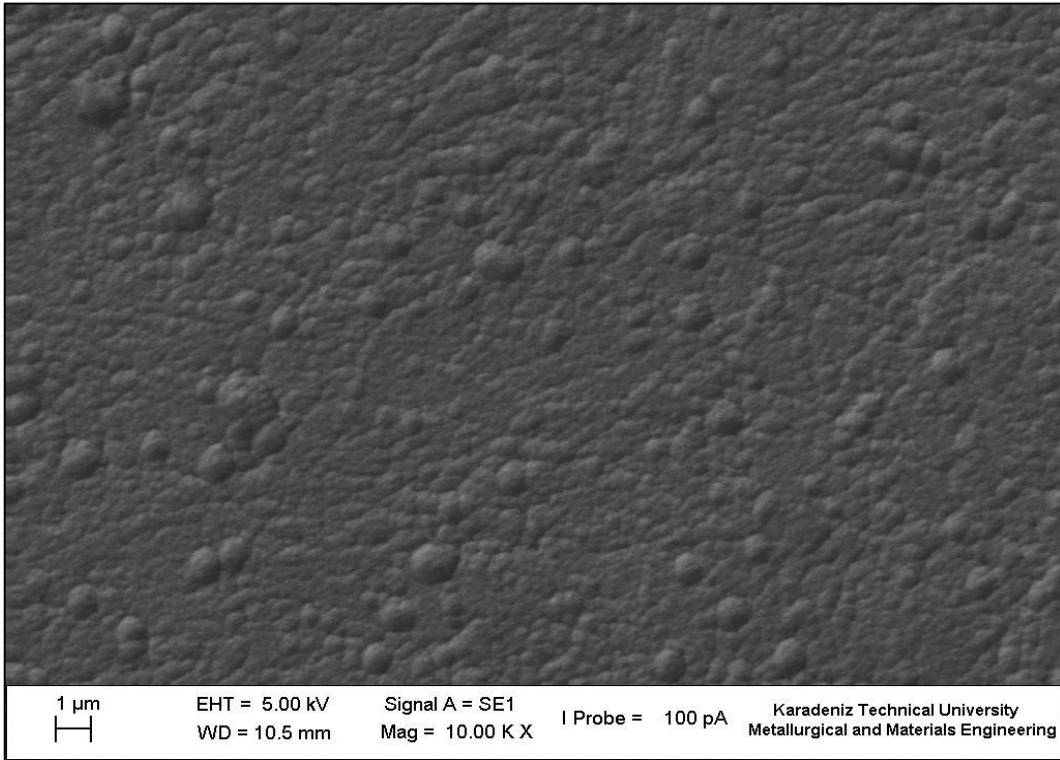
Şekil 15. R4 numunesinin SEM yüzey görünümü



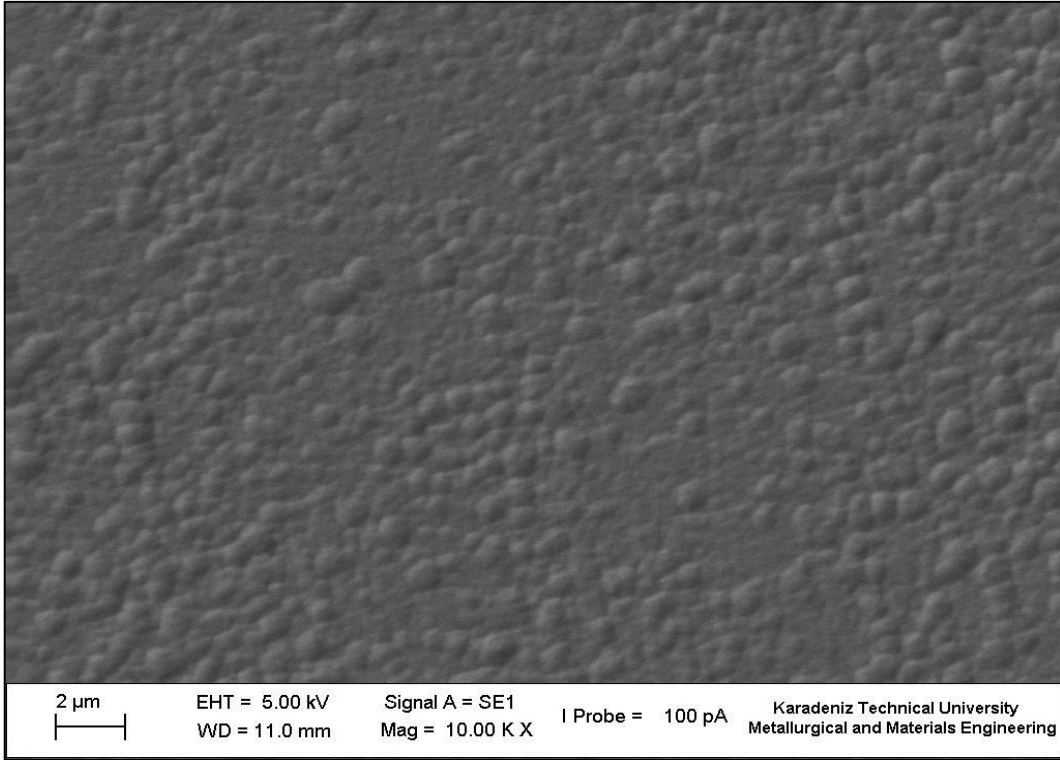
Şekil 16. R5 numunesinin SEM yüzey görünümü



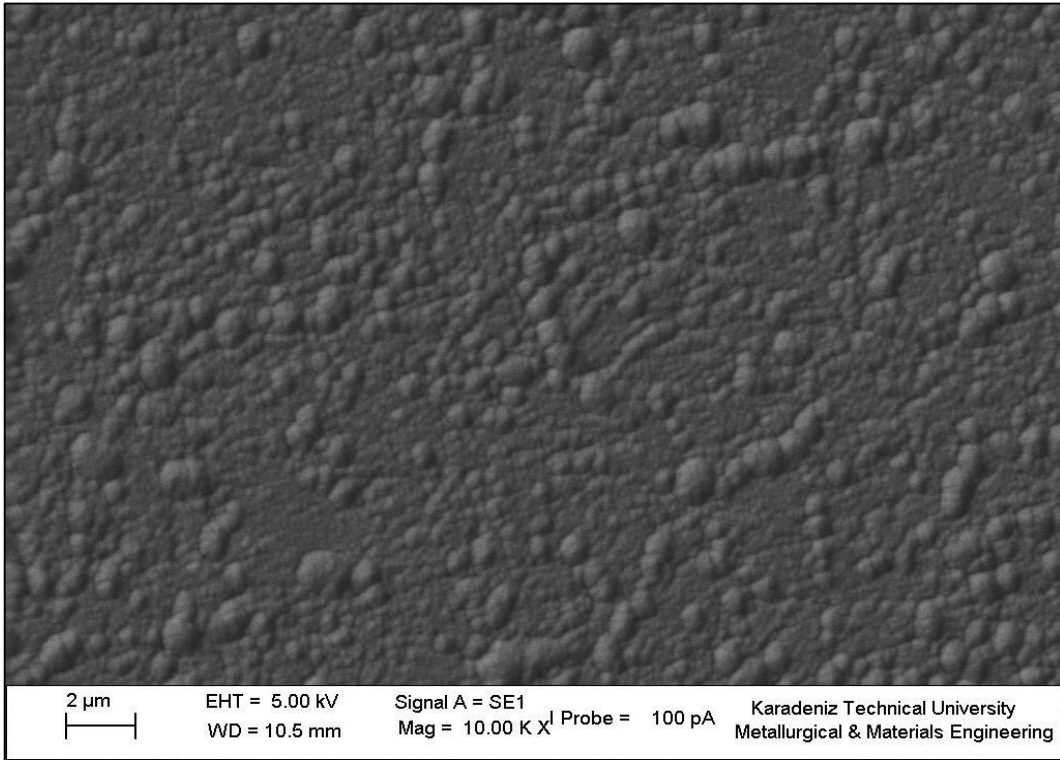
Şekil 17. R6 numunesinin SEM yüzey görünümü



Şekil 18. R7 numunesinin SEM yüzey görünümü



Şekil 19. R8 numunesinin SEM yüzey görünümü



Şekil 20. R9 numunesinin SEM yüzey görünümü

3.2. Kaplama Kesitlerinin İncelenmesi

Gerçekleştirilen kaplamaların kalınlıkları, cam altlıklar üzerinde kaplanmış olan filmlerin gevrek kırılması ile radyal doğrultudaki kesitlerinden SEM analizi kullanılarak belirlenmiştir. Söz konusu numuneler, metal numuneler ile eş kaplanarak elde edilmiştir. Elde edilen kaplama kalınlıkları Tablo 4’te verilmiştir.

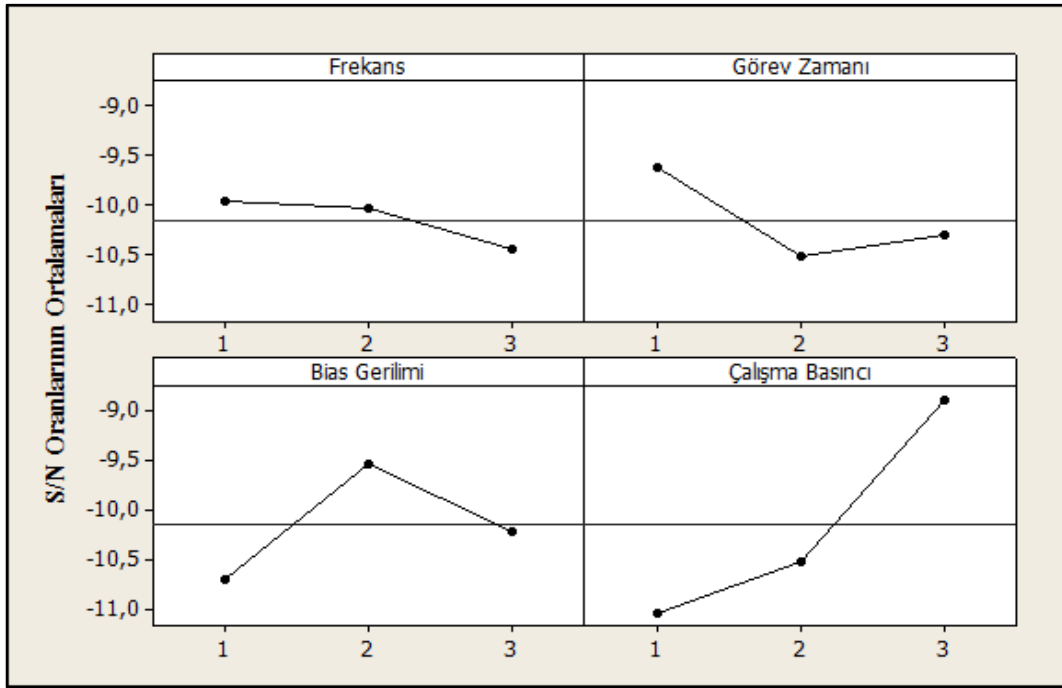
Tablo 4. Kaplama kalınlıkları Sonuçları

| Kaplama Adı | Darbe Frekansı (kHz) | Görev zamanı (μ s) | Bias Gerilimi (-V) | Çalışma Basıncı (Torr) | Kalınlık (μ m) |
|-------------|----------------------|-------------------------|--------------------|------------------------|---------------------|
| R1 | 100 | 0,5 | 50 | 2×10^{-3} | $3,5 \pm 0,1$ |
| R2 | 100 | 1,5 | 75 | $2,5 \times 10^{-3}$ | $3,2 \pm 0,02$ |
| R3 | 100 | 2,5 | 100 | 3×10^{-3} | $2,8 \pm 0,03$ |
| R4 | 150 | 0,5 | 75 | 3×10^{-3} | $2,4 \pm 0,02$ |
| R5 | 150 | 1,5 | 100 | 2×10^{-3} | $3,7 \pm 0,1$ |
| R6 | 150 | 2,5 | 50 | $2,5 \times 10^{-3}$ | $3,6 \pm 0,1$ |
| R7 | 200 | 0,5 | 100 | $2,5 \times 10^{-3}$ | $3,3 \pm 0,02$ |
| R8 | 200 | 1,5 | 50 | 3×10^{-3} | $3,2 \pm 0,04$ |
| R9 | 200 | 2,5 | 75 | 2×10^{-3} | $3,5 \pm 0,3$ |

SEM fotoğraflarından elde edilen görüntülerden en yüksek kaplama kalınlığı R5 (150 kHz, 1,5 μ s, 100 V ve 2×10^{-3} Torr) numaralı numunede 3,7 μ m olarak elde edilmiştir. Elde edilen sonuç orta frekans değerine sahip bu numunede düşük çalışma basıncı neticesinde atomların ortalama serbest yollarının artması ve daha az çarpışarak taban malzeme yüzeyine ulaşmasıyla ilgili olduğu düşünülmektedir. En düşük kaplama kalınlığı ise R4 (150 kHz, 0,5 μ s, 75 V ve 3×10^{-3} Torr) numaralı numunede 2,4 μ m olarak ölçülmüştür. Bu durum ise bu numunede çalışma basıncının orta frekansta en yüksek olması neticesinde ortalama serbest yolun azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Azalan ortalama serbest yol ile birlikte atomların birbirleriyle çarpışması artarak daha az miktarda atomun taban malzeme yüzeyine ulaşarak kaplama kalınlığının azalmasına neden olduğu düşünülmüştür.

Gerçekleştirilmiş olan bu çalışmada üretilen kaplanmış numunelerin yüzeylerinde elde edilen kaplama 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 küçük daha iyi ölçütüne göre Minitab 15 programı ile hesaplanmıştır. Yapılan istatistiki incelemeler sonucunda elde edilen S/N grafiği Şekil 21’de verilmiştir. Her bir parametrenin her seviyesi için S/N oranlarının ortalamaları Tablo 5’te verilmiştir. Bu bilgiler ışığında Şekil 21 ve Tablo 5’den kaplamaların kalınlığına en fazla etki eden parametrenin çalışma basıncı olduğu belirlenirken, en az etki eden parametrenin ise darbe frekansı olduğu belirlenmiştir.



Şekil 21. Kaplama parametrelerinin kaplama kalınlığına etkisi

Tablo 5. Kaplama kalınlığı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

| Parametreler | Kaplama Kalınlığı (μm) | | | Delta (Maks.-Min.) | Etki Derecesi |
|--------------------------------|-------------------------------------|----------|----------|-----------------------|------------------|
| | Seviye 1 | Seviye 2 | Seviye 3 | | |
| Frekans (kHz) | 9,976 | 10,031 | 10,452 | 0,476 | 4 |
| Görev Zamanı (μs) | 9,619 | 10,523 | 10,317 | 0,905 | 3 |
| Bias Gerilimi (V) | 10,703 | 9,530 | 10,226 | 1,174 | 2 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 11,042 | 10,533 | 8,883 | 2,159 | 1 |

Yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 6'da verilmiştir. ANOVA tekniği, araştırılan özelliğe etki eden parametrelerin ne kadar etkin olduğunu gösteren önemli bir analiz yöntemidir [124]. ANOVA tekniğinde parametrelerin etkisi F değerlerinin karşılaştırılmasıyla belirlenir. F değeri en yüksek olan parametre sonuca en fazla etki eden parametredir. ANOVA tablosuna göre en etkin parametre olan çalışma basıncının kaplama kalınlığına katkı yüzdesi %66,52 olarak elde edilirken, bias geriliminin kaplama kalınlığına katkı yüzdesi %18,20 ve görev zamanının kaplama kalınlığına katkı yüzdesi ise %11,74 olarak elde edilmiştir. ANOVA analizi sonucunda elde edilen etken parametrelerin kaplama kalınlıkları üzerine etkileri sabit frekanslarda (100 kHz, 150 kHz ve 200 kHz) ayrı ayrı irdelenmiştir.

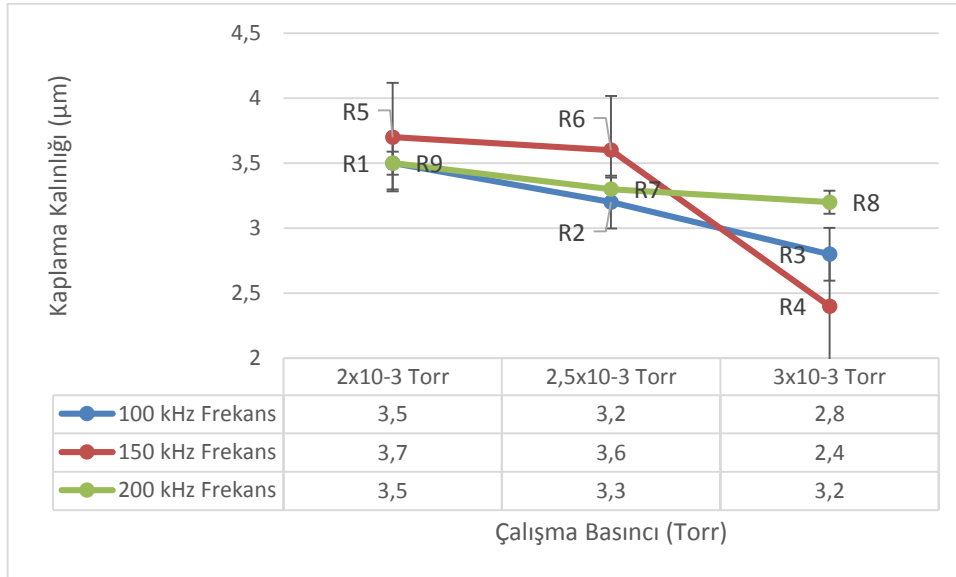
Tablo 6. Kaplama kalınlıkları için parametrelerin ANOVA sonuçları

| Değişimin Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kareler | F Değeri | P Değeri | Katkı Yüzdesi (%) |
|-------------------------|---------------------|-----------------|------------------|----------|----------|-------------------|
| Görev Zamanı (μ s) | 2 | 1,3487 | 0,6743 | 3,32 | 0,231 | 11,74 |
| Bias Gerilimi (V) | 2 | 2,0911 | 1,0456 | 5,15 | 0,163 | 18,20 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 2 | 7,6409 | 3,8205 | 18,83 | 0,050 | 66,52 |
| Kalıntı Hata | 2 | 0,4059 | 0,2029 | | | |
| Toplam | 8 | 11,4866 | | | | |

Kaplama tabakalarından elde edilen radyal doğrultudaki SEM görüntüleri Şekil 23-31'de verilmiştir. Genel olarak kaplama tabakasının gelişimi ve yapısı, gerçekleştirilen kaplamada kullanılan yöntem, taban malzeme sıcaklığı, ortam çalışma basıncı, uygulanan bias gerilimi, görev zamanı, frekans ve hedef malzeme akımı gibi pek çok parametreden etkilenmektedir. Kaplamaların kesitinden alınan SEM fotoğrafları incelendiğinde genel olarak kaplama tabakalarının kolonsal bir yapıda büyümüş oldukları görülmektedir.

Frekansın 100 kHz olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numuneleri dikkate alındığında, kaplama kalınlıklarının görev zamanı, bias gerilimi ve çalışma basıncının artmasıyla azaldığı görülmüştür (Tablo 4). ANOVA tablosuna göre en etkin parametre olan çalışma basıncı açısından bu durum, artan çalışma basıncıyla sıçratılmış atomların taban

malzeme yüzeyine giderken ortamdaki parçacıklarla çarpışma olasılığı artarak daha fazla çarpışması ve taban malzeme yüzeyinde daha az hedef malzemesinin birikmesine yol açarak kaplama kalınlığını azaltıcı yönde etki etmesiyle açıklanabilir (Şekil 22) [121]. Kaplama kalınlığı ile ilgili olarak belirlenen bu sonuç, bias gerilimi ve görev zamanı bakımından değerlendirildiğinde, artan bias gerilimi ve görev zamanı ile kaplamanın maruz kaldığı iyon çekiçleme (ion peening effect) etkisi ile ilgili olduğu düşünülmektedir [30, 125]. Raoufi ve arkadaşları da bu görüşü doğrulayan şekilde, görev zamanının artmasıyla kaplamaların daha fazla iyon bombardımanına maruz kaldığını ifade ederek iyon çekiçleme etkisinin elde edilen kaplama kalınlığını azalttığını ifade etmişlerdir [108]. R1, R2 ve R3 numunelerinin Şekil 23-25'den kesit fotoğrafları ve Şekil 12-14'den yüzey fotoğrafları beraber incelendiğinde yoğun paketlenmiş ve lif şeklindeki tanelerden oluşan Bölge G yapısına sahip bir yapıda büyüdüğü düşünülmektedir [126]. Özellikle R3 numunesinde sıkı paketlenmiş bir yapının meydana geldiği görülmüştür. Bu yapının yüksek bias gerilimi ve görev zamanıyla elde edilen yüksek enerjiye sahip iyon bombardımanı neticesinde meydana geldiği düşünülmektedir.

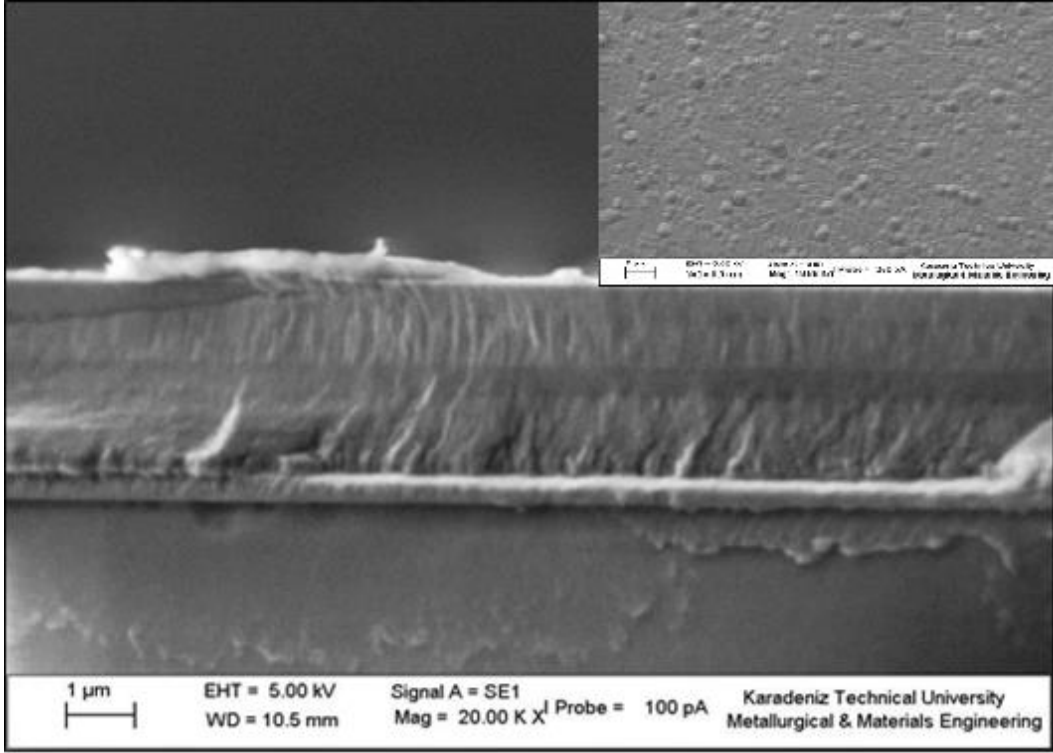


Şekil 22. Kaplama kalınlığının çalışma basıncına göre değişimi

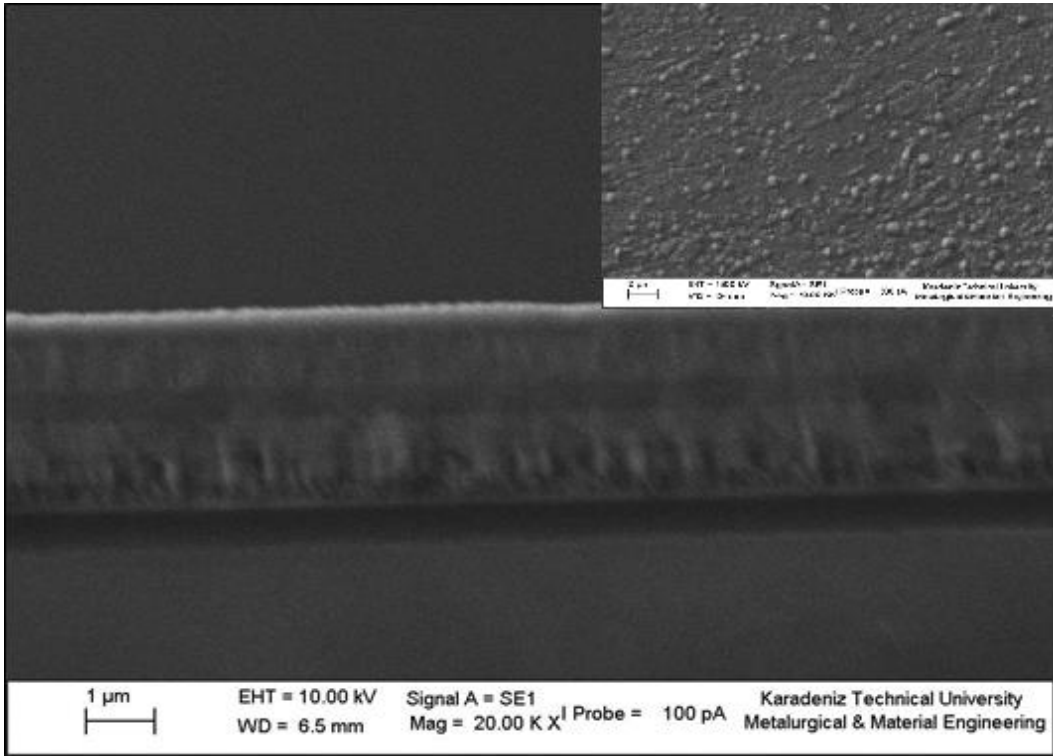
Frekansın 150 kHz olarak sabit tutulduğu R4, R5 ve R6 numunelerine bakıldığında kaplama kalınlıklarının 2,4 µm, 3,7 µm ve 3,6 µm olarak değiştiği görülmektedir (Tablo 4). Şekil 22'den görüldüğü gibi 150 kHz çalışma darbe frekansında çalışma basıncı arttıkça

kaplama kalınlığı da azalmaktadır. ANOVA tablosuna göre en etkin parametre olan çalışma basıncının bu grupta da en düşük kaplama kalınlığına sahip R4 numunesinde en yüksek olduğu görülmektedir. Kaplama kalınlığının düşük olması çalışma basıncının yüksek olmasıyla birlikte taban malzemeye giden hedef malzemelerinin daha az olmasıyla ilişkilidir. Çalışma basıncı arttıkça ortalama serbest yol azalarak sıçratılmış atomlar birbirleriyle daha fazla çarpışarak taban malzeme yüzeyine ulaşma ihtimali azalmaktadır. En yüksek kaplama kalınlığına sahip R5 numunesinde ise çalışma basıncı en düşüktür. Bu numunedeki yüksek kaplama kalınlığı düşük çalışma basınçlarında sıçratılmış atomların ortalama serbest yollarının daha uzun olması sonucunda taban malzeme yüzeyine daha fazla atom birikmesi neticesinde elde edildiği düşünülmüştür. Kaplamaların yüzey ve kesit şekilleri beraber değerlendirildiğinde R4 (Şekil 15 ve 26) ve R6 (Şekil 17 ve 28) numunelerinin tabakalı bir şekilde ve tabaka içerisinde ince kolonlardan oluşan Bölge G yapısına benzer bir şekilde büyüdükleri düşünülmektedir. R5 numunesinin ise tabakasız olarak ince kolonlu ve Bölge G yapısına benzer bir şekilde büyüdüğü düşünülmektedir (Şekil 16 ve 27).

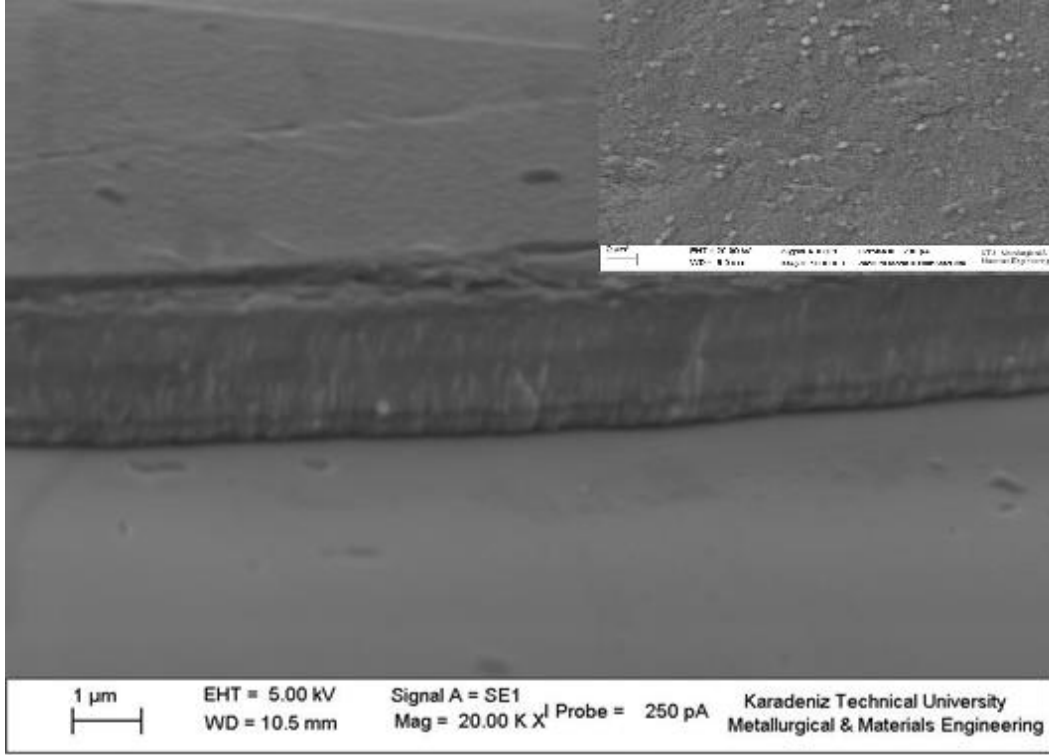
Frekansın 200 kHz olarak sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numuneleri incelendiğinde ise kaplama kalınlıklarının 3,3 μm , 3,2 μm ve 3,5 μm şeklinde değiştiği görülmektedir (Tablo 4). Bu numunelerde de etkin parametre olan çalışma basıncının etkisi Şekil 22'de görülmektedir. Çalışma basıncı arttıkça kaplamaların kalınlıkları azalmaktadır. Bu numunelerde de en düşük kaplama kalınlığı en yüksek çalışma basıncına sahip olan R8 numaralı numunede elde edilirken, en yüksek kaplama kalınlığı en düşük çalışma basıncına sahip R9 kaplama şartlarıyla büyütülmüş numunede elde edildiği görülmektedir (Tablo 4 ve Şekil 22). Kaplamaların yüzey ve kesit fotoğrafları beraber incelendiğinde R7 (Şekil 18 ve 29), R8 (Şekil 19 ve 30) ve R9 (Şekil 20 ve 31) numunelerinin tabakalı, kolonlu, yoğun ve Bölge G yapısına benzer bir şekilde büyüdükleri görülmektedir.



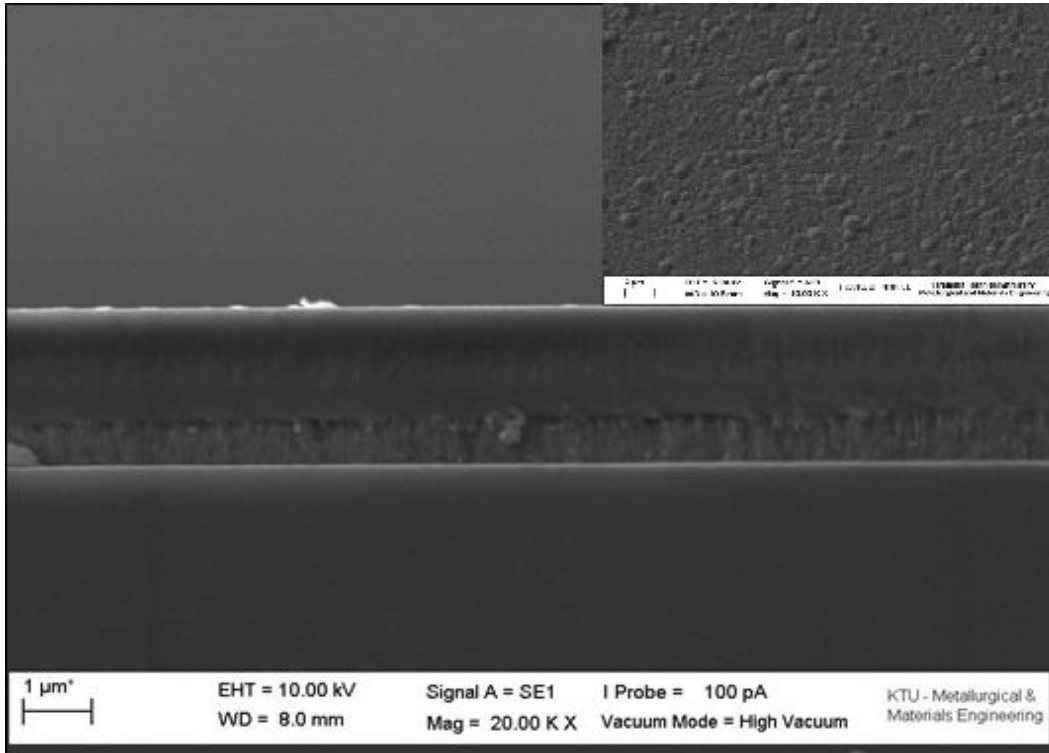
Şekil 23. R1 numunesinin kesit görünümü



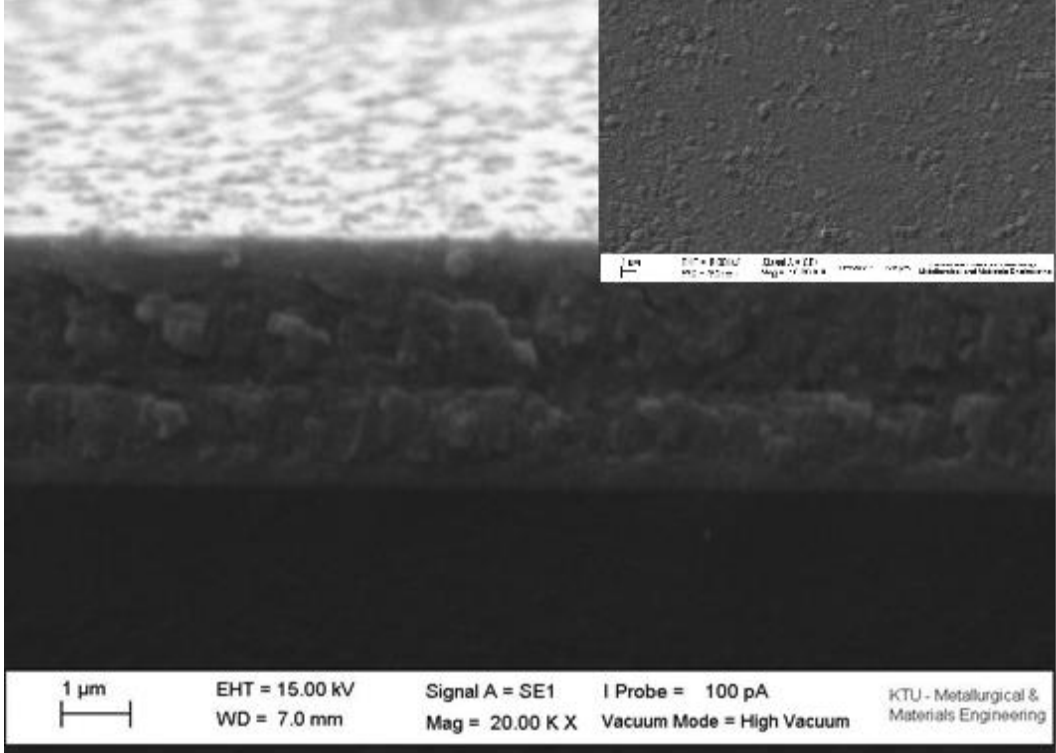
Şekil 24. R2 numunesinin kesit görünümü



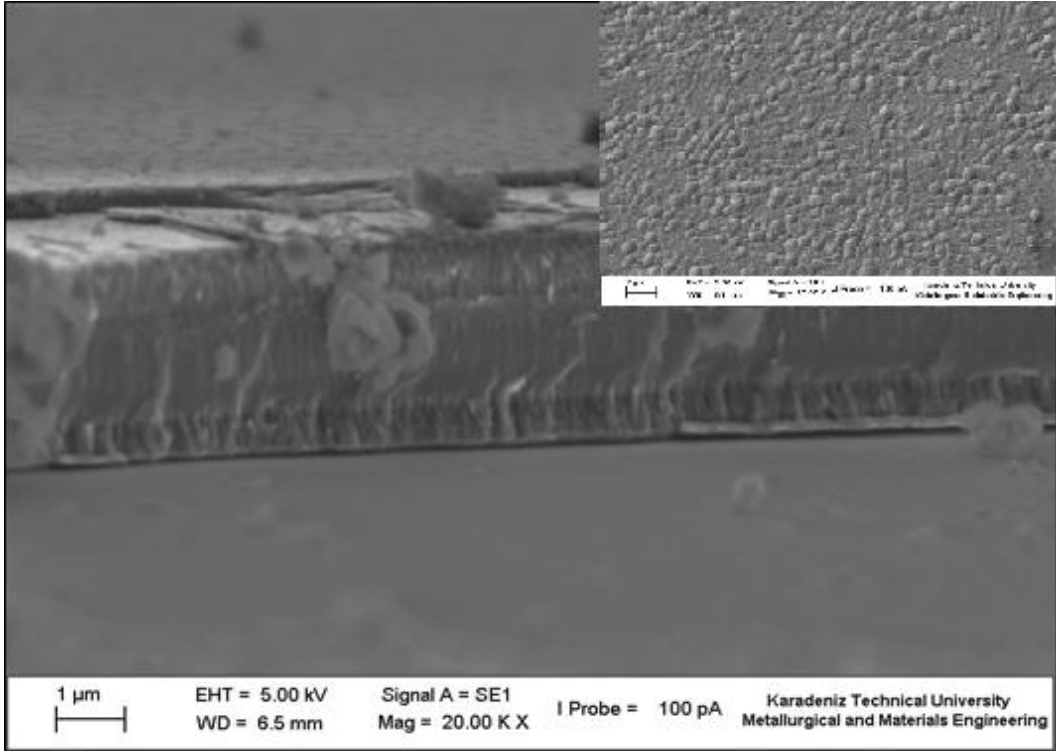
Şekil 25. R3 numunesinin kesit görünümü



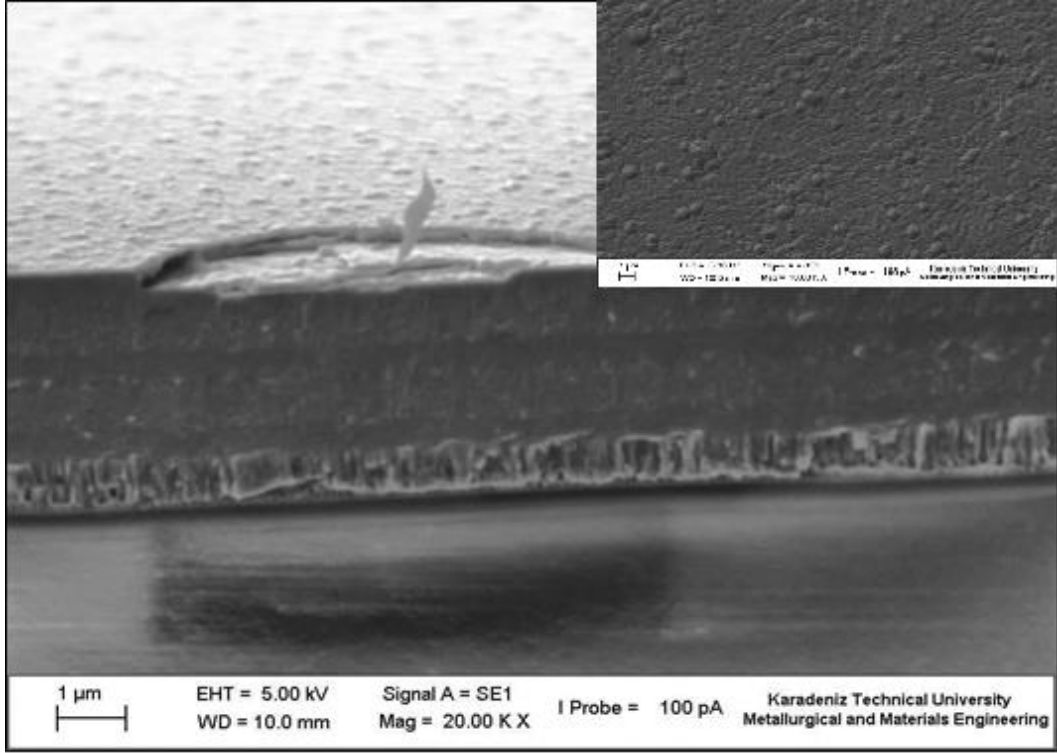
Şekil 26. R4 numunesinin kesit görünümü



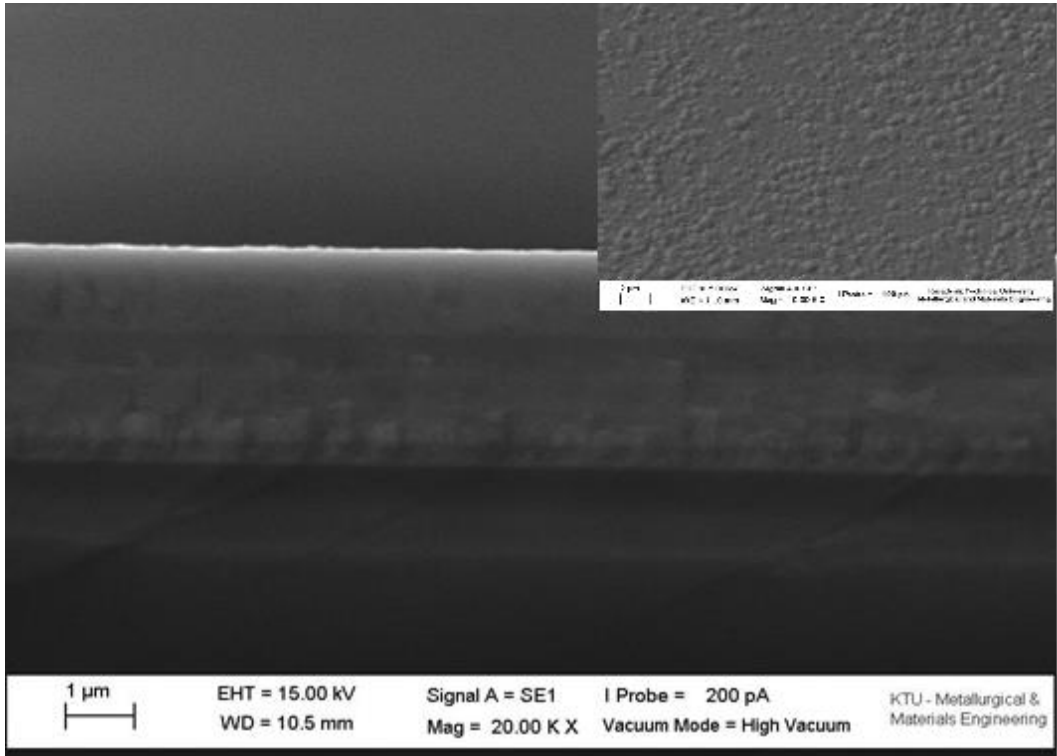
Şekil 27. R5 numunesinin kesit görünümü



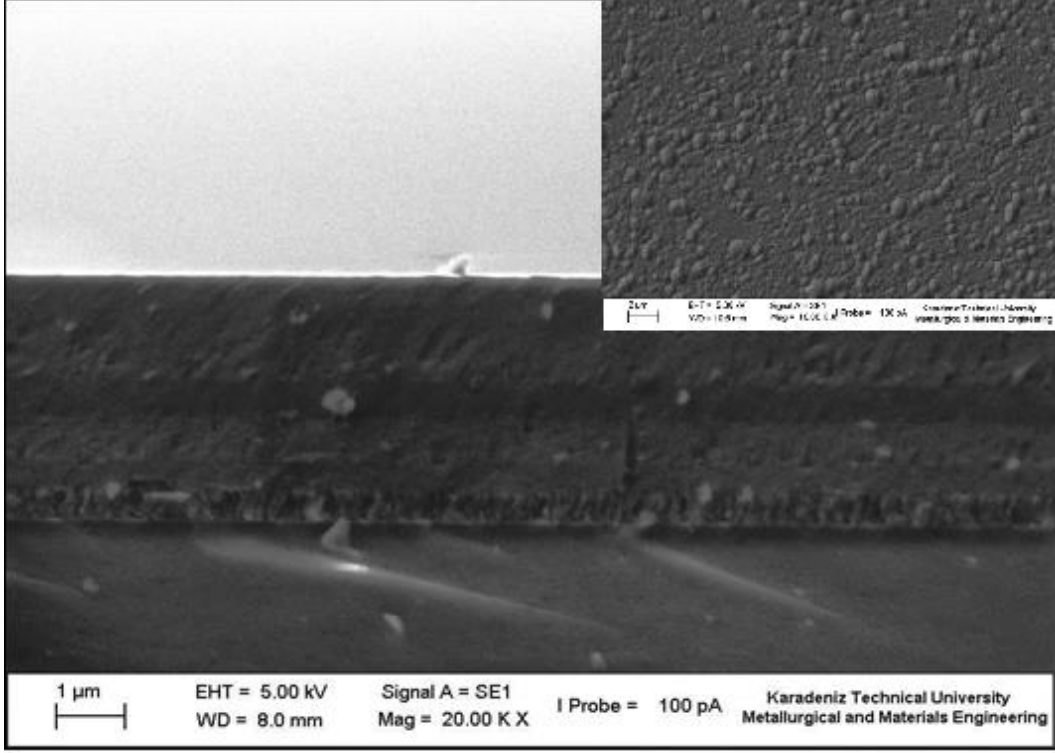
Şekil 28. R6 numunesinin kesit görünümü



Şekil 29. R7 numunesinin kesit görünümü



Şekil 30. R8 numunesinin kesit görünümü



Şekil 31. R9 numunesinin kesit görünümü

3.3. EDS Analizi İncelemeleri

AISI H13 çeliği üzerine kaplanan TiAlCrNbN dereceli kompozit filmlerin kimyasal element analizleri EDS ile ZAF (Z: atom numarası etkisi, A: absorpsiyon etkisi ve F: flerosan uyarma etkisi) düzeltme metodu kullanılarak elde edilmiştir.

Gerçekleştirilen bu çalışmada dokuz farklı kaplama şartında üretilen TiAlCrNbN kaplamalarının EDS analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 7’de verilmiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde, kaplama filminin genel yapısındaki element analizinde, en fazla N, ikinci sırada Cr üçüncü olarak Nb, dördüncü olarak Ti ve beşinci olarak da Al elementinin bulunduğu tespit edilmiştir. Kaplamaların kimyasal bileşimi üzerine etki eden en önemli parametrelerden biri hedef malzemelerin sıçratma verimidir. Sıçratma verimi bir argon iyonunun hedef malzeme yüzeyinden kopardığı atom miktarı olarak tanımlanır. Hedef malzemeler elementlerine göre sıçratma verimleri (sputtering yield) literatürden bakıldığında, en yüksek verime Cr elementinin sahip olduğu görülmektedir [4]. Diğer elementlerin sıçratma verimleri ise büyükten küçüğe doğru Al, Nb ve Ti şeklinde sıralanmaktadır [4].

Tablo 7. EDS Analizi Sonuçları

| Kaplama Numarası | Frekans (Hz) | Görev Zamanı (μ s) | Bias (V) | Çalışma Basıncı (Torr) | EDS Analizi Sonuçları (% Atomik) | | | | |
|------------------|--------------|-------------------------|----------|------------------------|----------------------------------|------|-------|-------|-------|
| | | | | | N | Al | Ti | Cr | Nb |
| R1 | 100 | 0.5 | 50 | 2×10^{-3} | 51,89 | 4,72 | 8,40 | 26,51 | 8,47 |
| R2 | 100 | 1.5 | 75 | 2.5×10^{-3} | 47,17 | 4,97 | 9,56 | 30,02 | 8,67 |
| R3 | 100 | 2.5 | 100 | 3×10^{-3} | 43,56 | 5,03 | 9,62 | 32,86 | 8,93 |
| R4 | 150 | 0.5 | 75 | 3×10^{-3} | 36,77 | 5,56 | 13,92 | 34,57 | 9,16 |
| R5 | 150 | 1.5 | 100 | 2×10^{-3} | 28,62 | 7,93 | 17,10 | 34,61 | 11,72 |
| R6 | 150 | 2.5 | 50 | 2.5×10^{-3} | 40,25 | 6,05 | 10,48 | 34,49 | 8,72 |
| R7 | 200 | 0.5 | 100 | 2.5×10^{-3} | 39,57 | 5,28 | 10,82 | 34,33 | 9,7 |
| R8 | 200 | 1.5 | 50 | 3×10^{-3} | 48,99 | 5,21 | 10,14 | 29,65 | 9,01 |
| R9 | 200 | 2.5 | 75 | 2×10^{-3} | 44,15 | 5,26 | 10,45 | 30,37 | 9,19 |

Frekansın 100 kHz olarak sabit olduğu R1, R2 ve R3 numunelerinden elde edilen sonuçlar incelendiğinde, kaplamalardaki azot oranının bias gerilimi, görev zamanı ve çalışma basıncı arttıkça azalmakta olduğu görülmüştür. EDS analizlerinde elde edilen elementler içerisinde azot atomu alüminyum, titanyum, krom ve niyobyum atomlarına göre daha hafiftir. Bu nedenle özellikle bias gerilimi ve görev zamanının artmasıyla enerjisi artmış iyon akısı öncelikle daha hafif olan azot atomlarının geri sıçramasına neden olarak azot miktarının elde edilen kaplamalarda azalmasına yol açtığı düşünülmektedir [125, 127]. Burada frekansın sabit 100 kHz olduğu R1, R2 ve R3 kaplama şartları için elde edilen iyonlaşma seviyesi Al, Ti, Cr ve Nb elementlerinin kaplamalardan geri sıçratılmaya yetmediği de söylenebilir.

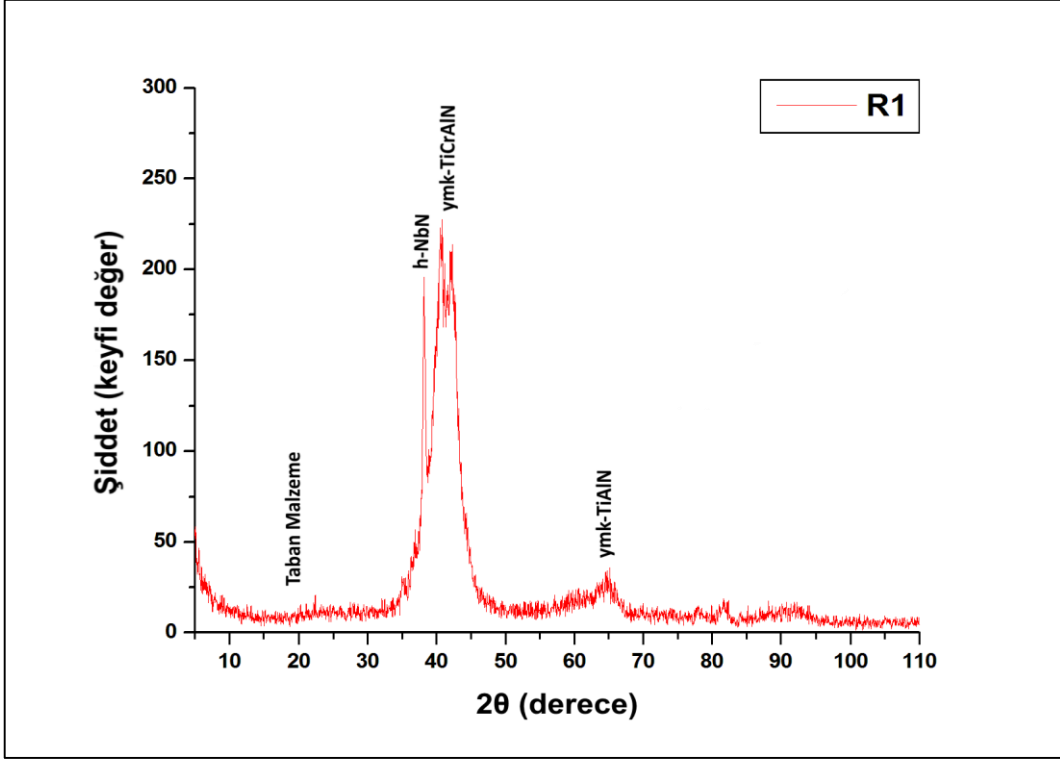
Frekansın 150 kHz sabit olduğu R4, R5 ve R6 numunelerinin Tablo 7’de verilen EDS analizi sonuçlarına bakıldığında N, Cr, Ti, Al ve Nb elementlerinin atomik olarak en fazla bulunduğu ve N elementinin en az bulunduğu numune R5 olduğu görülmektedir. R5 kaplama parametrelerine bakıldığında ise en düşük çalışma basıncı ve en yüksek bias gerilime sahip olduğu görülmektedir. Bias gerilimin yüksek olması taban malzemeye yönlendirilen iyonların enerjilerinin çok yüksek olduğu anlamını taşımaktadır. Buna ek olarak çalışma basıncının düşük olması nedeniyle hedeflerden sıçratılan atomlar birbirleriyle daha az çarpışarak ve dolayısıyla daha az enerji kaybederek taban malzemeye biriktiğinden dolayı bu numunede element miktarının daha yüksek olduğu düşünülmektedir. Azot miktarının düşük olması daha öncede ifade edildiği gibi geri sıçratma mekanizmasından dolayı meydana geldiği düşünülmektedir. Nitekim bias gerilimin en düşük olduğu R6 numunesinde N miktarı en fazladır. Bu durum R6 numunesinde geri sıçramanın daha az

olduğunu göstermektedir. Bias gerilimin orta seviyede olduğu R4 numunesinde ise N miktarı azalmakta olup geri sıçramanın izafi olarak arttığını göstermektedir. Aynı durum Ti, Cr ve Nb elementlerinde de görülmüştür. Al elementinde ise bias voltajı 50 V'den (R6 numunesi) 75 V'a (R4 numunesi) arttığandan hafif bir düşüşün meydana geldiği görülmekte, bias voltajı 100 V'a (R5 numunesi) arttırıldığında ise Al elementinin miktarında bir artış meydana geldiği görülmüştür.

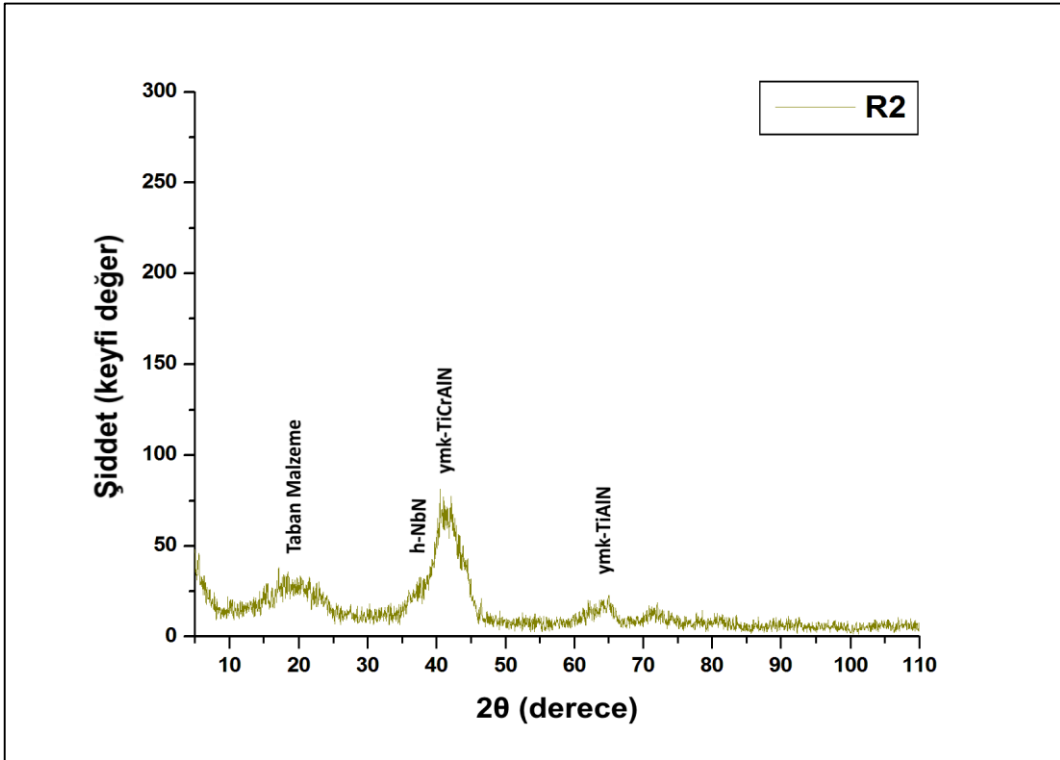
Frekansın 200 kHz olarak sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numuneleri incelendiğinde elementlerin miktar bakımından birbirlerine çok yakın oldukları görülmektedir. Bu numunelerde de bias gerilimin artması sonucunda geri sıçrama mekanizmasıyla beraber N miktarının azaldığı görülmektedir. Bias voltajın en düşük olduğu R8 numunesinde N miktarı en yüksek olurken, bias gerilimin en yüksek olduğu R7 numunesinde N miktarı en düşük olarak elde edilmiştir. Al, Cr, Ti ve Nb elementlerine bakıldığında bias gerilimin 50 V'tan (R8) 75 V'a (R9) ve 100 V'a (R7) artırıldığında bu elementlerin miktarlarının da arttığı görülmektedir. Buradan frekansın 200 kHz olarak sabit tutulduğu şartlarda bias geriliminin artmasıyla elde edilen yüksek enerjili iyonların bu elementlerin geri sıçramasına neden olmadığı sonucuna varılmıştır.

3.4. XRD İncelemeleri

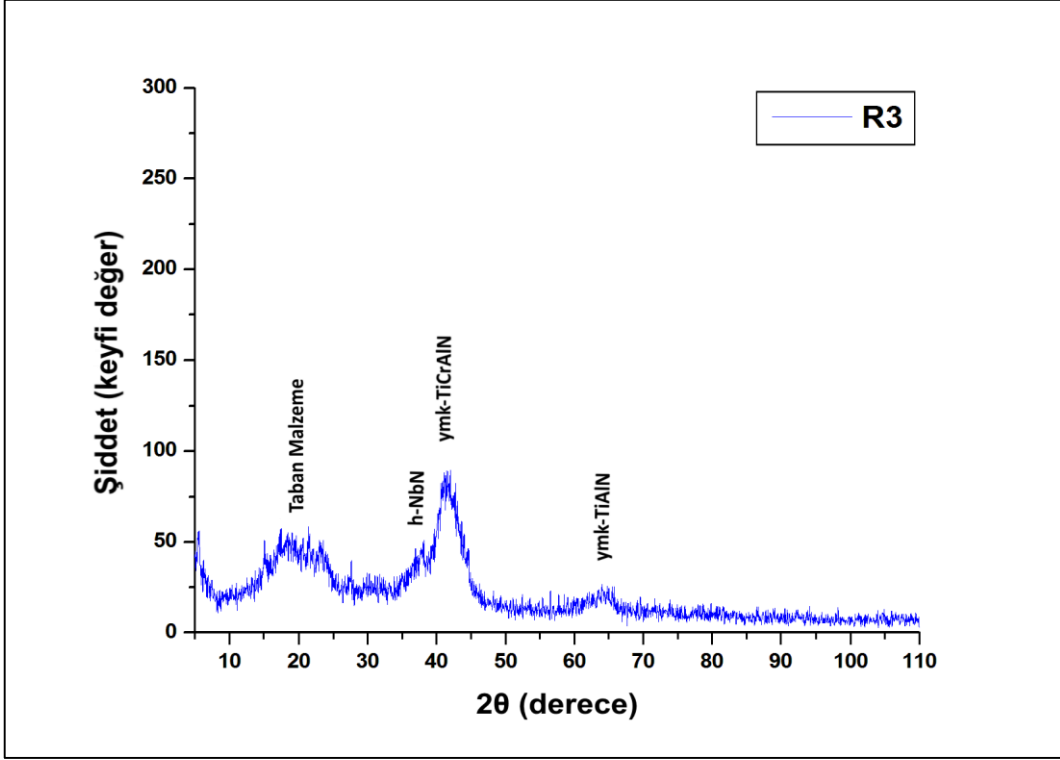
Metalik altlıklar ile aynı ortamda kaplama işlemine tabi tutulan cam levhalar üzerine kaplanan TiAlCrNbN numuneleri üzerinde yapılan X ışını difraksiyon analizi sonucunda elde edilen difraksiyon pikleri Şekil 32-40'da verilmiştir. XRD grafiklerinden kaplamaların genel olarak yarı amorf bir yapıya sahip olduğu söylenebilir.



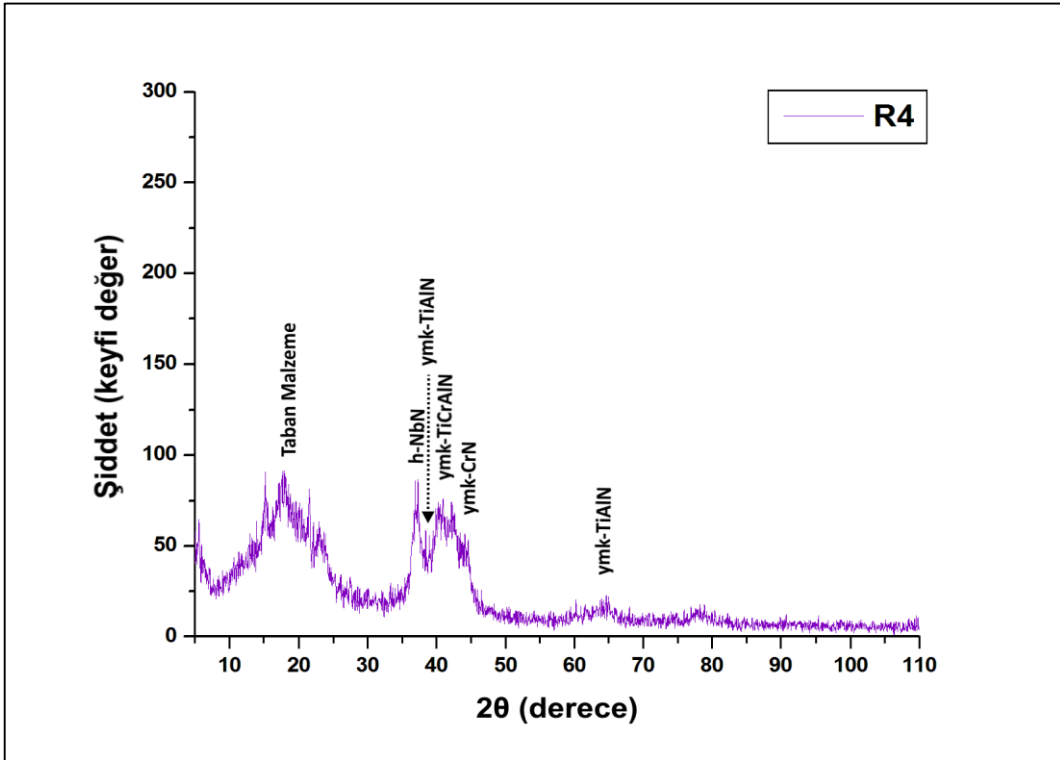
Şekil 32. R1 numunesinin XRD sonucu



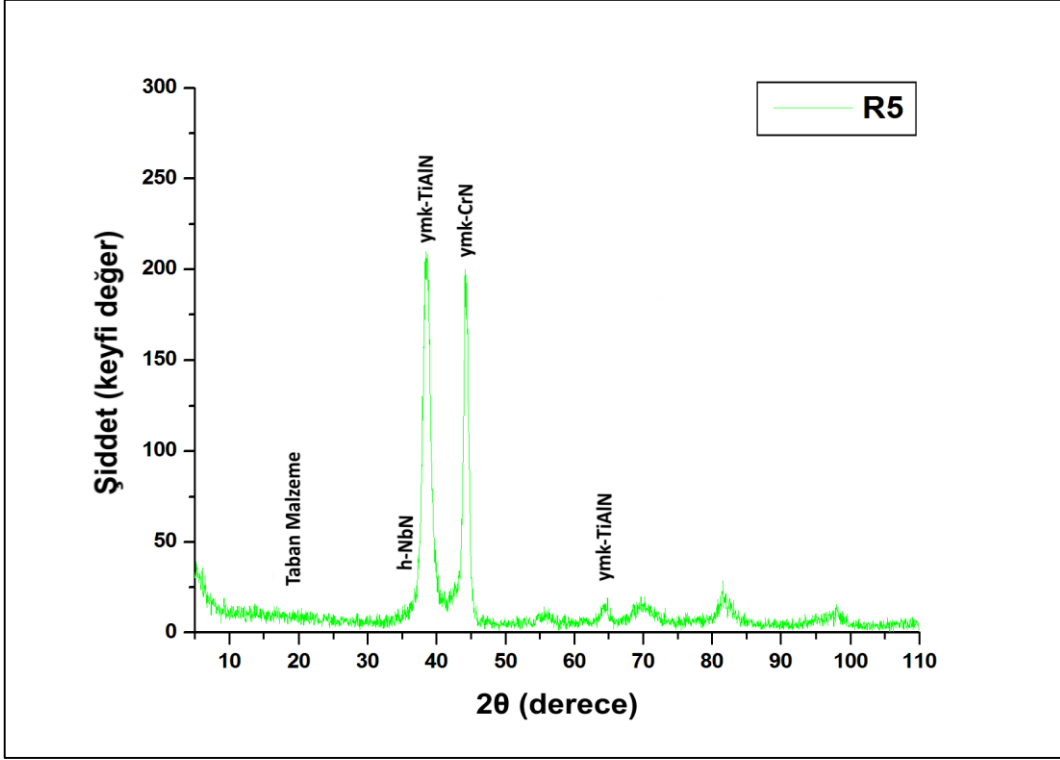
Şekil 33. R2 numunesinin XRD sonucu



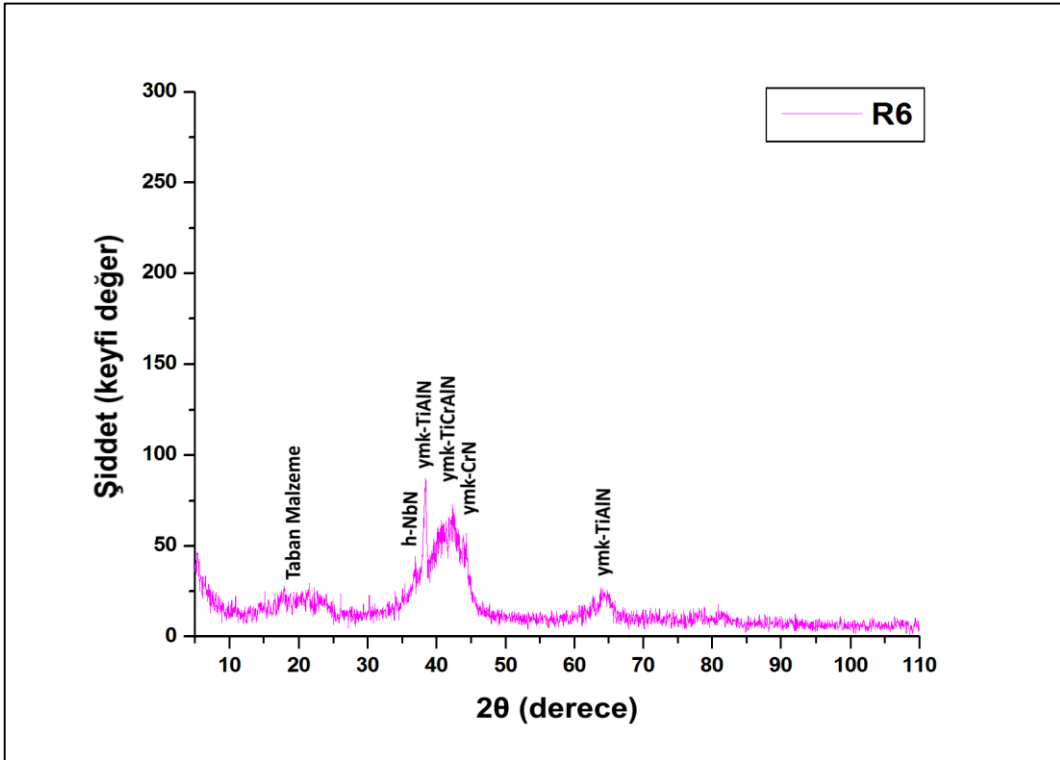
Şekil 34. R3 numunesinin XRD sonucu



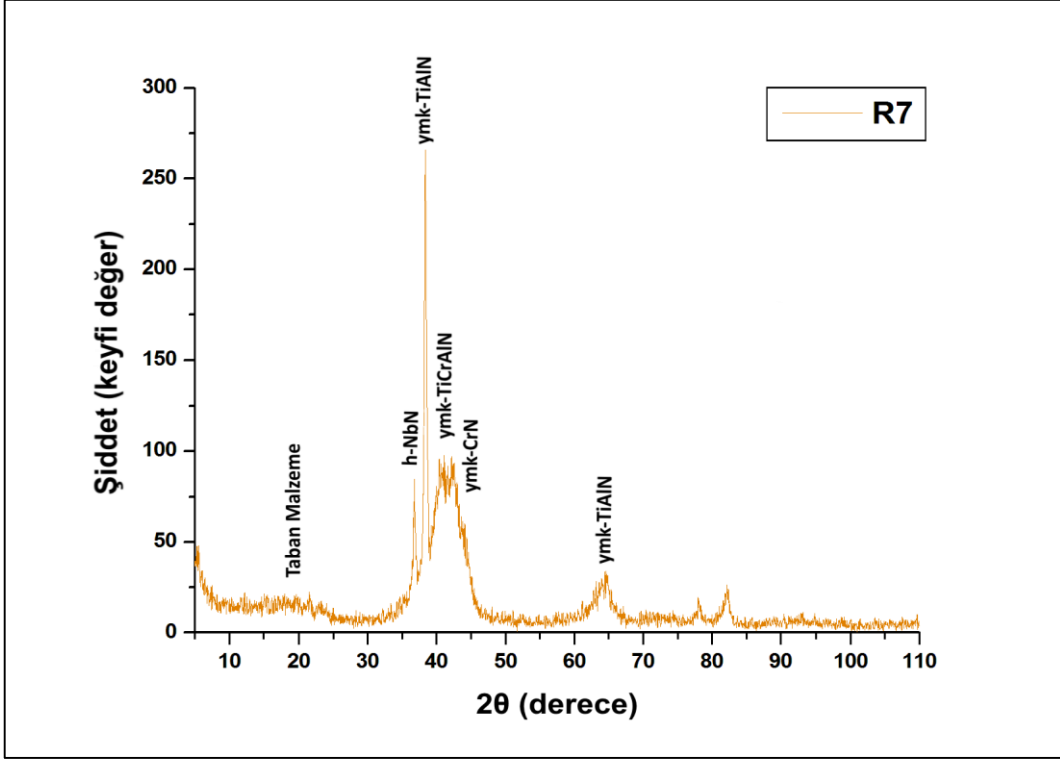
Şekil 35. R4 numunesinin XRD sonucu



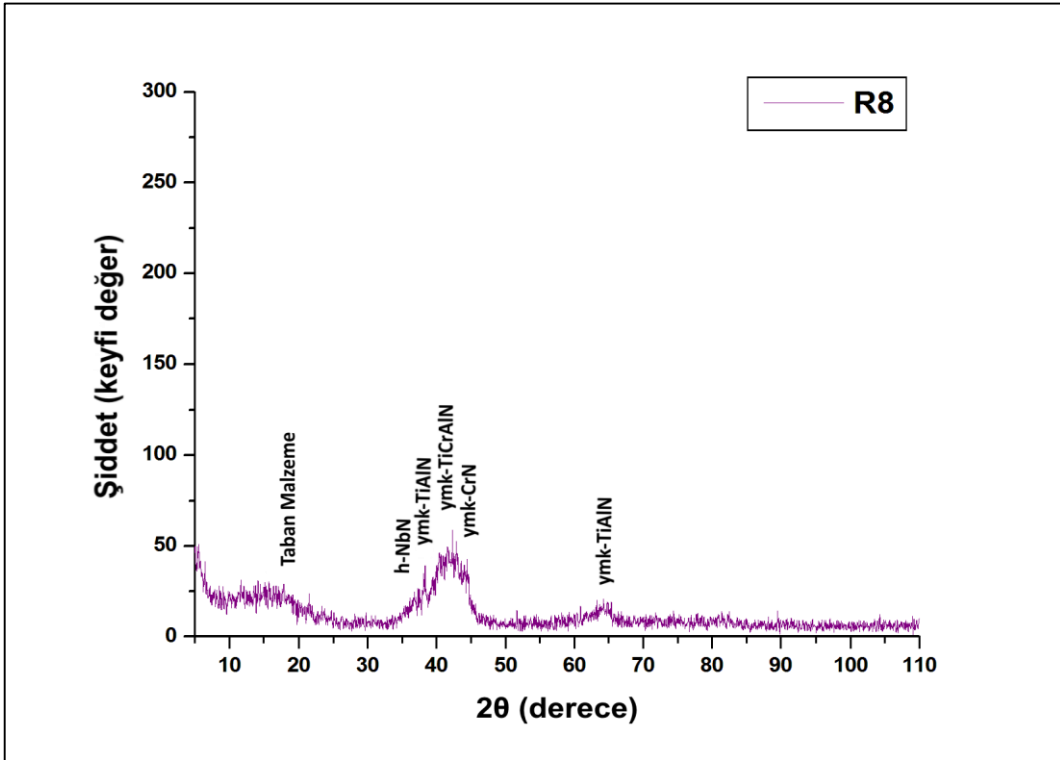
Şekil 36. R5 numunesinin XRD sonucu



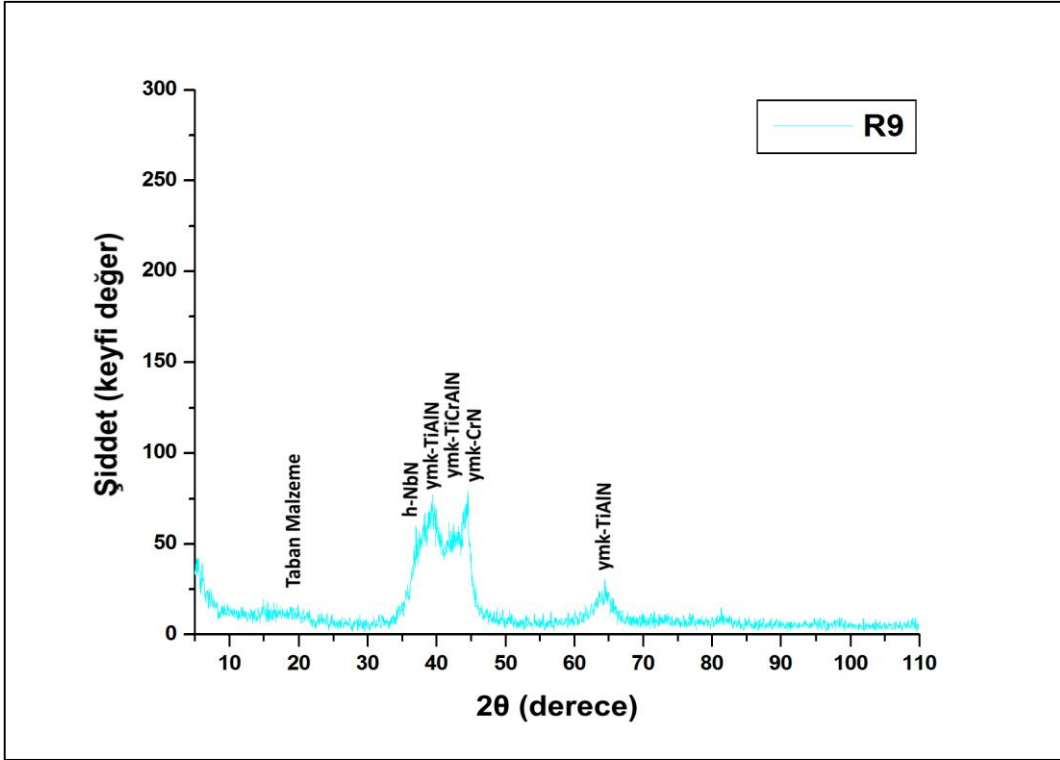
Şekil 37. R6 numunesinin XRD sonucu



Şekil 38. R7 numunesinin XRD sonucu



Şekil 39. R8 numunesinin XRD sonucu



Şekil 40. R9 numunesinin XRD sonucu

Darbe frekansının 100 kHz olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numunleri için yapılan XRD analizi sonucunda Şekil 32-34’de görüldüğü gibi YMK-TiCrAlN (200) [128, 129], H-NbN (100) [130, 131] ve YMK-TiAlN (220) [28, 33, 35, 132] olmak üzere üç ayrı faz belirlenmiştir. Artan görev süresi, bias gerilimi ve çalışma basıncı ile birlikte R2 ve R3 kaplama şartlarında büyütülen filmlerden elde edilen piklerin şiddetinin azaldığı ve genişlediği görülmüştür. Zeng ve arkadaşları [133] artan bias gerilimiyle, büyüyen filmin güçlü iyon bombardımanına maruz bırakılmış olmasından dolayı XRD piklerinin şiddetlerinin azaldığını ifade etmiştir. Bu çalışmada da bias geriliminin ve görev zamanının artmasıyla benzer etkinin meydana geldiği düşünülmektedir. Diğer taraftan, elde edilen piklerin çok geniş olması büyüyen filmlerin kristalliğinin zayıf olmasının ve tane boyutlarının küçük olduğunu ifade etmektedir [134]. Lv ve arkadaşları yüksek enerjili iyon bombardımanı büyüyen filmde birçok hata oluşturarak tercihli çekirdeklenme bölgelerinin sayılarının artmasını sağlayarak tane sınırlarının hareketini engelleyip tane boyutunun azalmasına neden olduğunu ifade etmiştir [135].

Frekansın 150 kHz olarak sabit olduğu R4, R5 ve R6 numunelerinin Şekil 33-35’den XRD yansımaları incelendiğinde R1, R2 ve R3’te gözlemlenen piklere ek olarak YMK

yapıdaki TiAlN (111) ve CrN (200) [136] piklerinin oluştuğu gözlemlenmiştir [31, 137]. Bu durumun artan darbe frekansı ile birlikte taban malzemenin sıcaklığının artması ve artan sıcaklıkla birlikte atomların hareketlerinin artmasıyla ilişkili olduğu düşünülmektedir [75]. Piklere bakıldığında çalışma basıncının (en düşük) ve bias gerilimin (en yüksek) beraber etkisiyle R5 numunesinde YMK-TiAlN (111) ve CrN (200) piklerinin en şiddetli olduğu görülürken, çalışma basıncının orta seviyede ve bias gerilimin en düşük olduğu R6 numunesinde bu piklerinin şiddeti en düşüktür.

Frekansın 200 kHz olduğu R7, R8 ve R9 numunelerinin Şekil 36-38'den XRD yansımaları incelendiğinde elde edilen kaplamaların H-NbN (100), YMK-TiCrAlN (200), YMK-TiAlN (111) ve YMK-CrN (200) piklerine sahip olduğu görülmüştür. Artan bias gerilim ve azalan görev süresi ile birlikte R7 numunesinde H-NbN (100), YMK-TiCrAlN (200), YMK-TiAlN (111) ve YMK-TiAlN (220) piklerinin yoğunluğunun önemli derecede arttığı görülmüştür. R7 numunesinin kaplama parametrelerine bakıldığında en yüksek bias voltajına sahip olduğu görülmektedir. Bu numunede de YMK-TiAlN (111) pikinin şiddetli olmasının yüksek frekans ve bias voltajın neden olduğu taban malzeme sıcaklığındaki artışla ilişkili olduğu düşünülmektedir.

3.5. Nanosertlik İncelemeleri

Sertleştirilmiş durumdaki AISI H13 taban malzeme yüzeyine kaplanmış TiAlCrNbN dereceli kompozit filmlerin yüzey sertlik değerleri Berkovic uca sahip olan nanosertlik ölçüm cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen nanosertlik grafiklerinden kaplama tabakalarının sertlik ve elastik modülü değerleri Oliver ve Pharr yaklaşımına göre hesaplanmıştır [138]. Taban malzemenin etkisini minimize etmek için batma derinliği kaplama kalınlığının %10'undan daha düşük tutulmuştur [139]. Yapılan hesaplamalar sonucunda elde edilen nanosertlik ve elastik modülü değerleri Tablo 8'de verilmiştir.

Genel itibarıyla sertlik malzemelerin aşınma dirençlerini etkileyen en önemli özelliklerin başında gelmektedir. Aşınma direnci üzerine yapılan araştırmalar incelendiğinde malzemelerin elastik modülünün ve tokluğunun da aşınma davranışı üzerinde önemli etkiye sahip olduğu ifade edilmektedir [140]. Bu açıdan pek çok araştırmacı malzeme sertliğinin elastisite modülüne oranı (H/E) değerinin malzemenin aşınma direncini yorumlamada etkin bir parametre olarak tavsiye etmişlerdir [5, 140, 141]. Tsui ve arkadaşları ise temas akma

basıncı ile tokluğun, sertlik ve elastik modül değerleri kullanılarak Formül 2'deki gibi ifade edilebileceğini ortaya koymuştur [142].

$$P_y = 0,78r^2 \left(\frac{H^3}{E^2} \right) \quad (2)$$

Burada, P_y (Yield Pressure) akma basıncı, r temas küresinin yarıçapı, H sertlik ve E elastiklik modülüdür. Böylece kaplamanın plastik deformasyona direncini ifade eden H^3/E^2 oranı tanımlanmıştır. Kaplamaların aşınma davranışlarının yorumlanmasında kullanılacak olan bu oran her bir örnek için hesaplanarak Tablo 8'de verilmiştir.

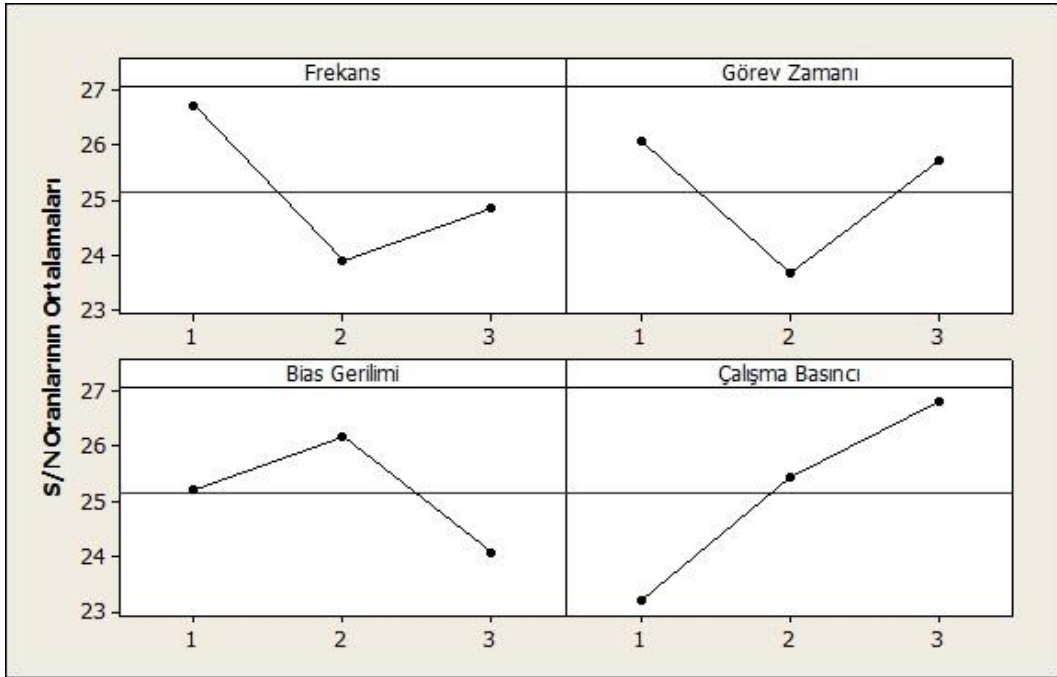
Tablo 8. Nanosertlik, indirgenmiş elastik modülü ve H^3/E^2 oranı değerleri

| Numune Adı | Frekans (Hz) | Görev Zamanı (μ s) | Bias Gerilimi (V) | Çalışma Basıncı (Torr) | Nano Sertlik (GPa) | Elastik Modülü (GPa) | H^3/E^2 (GPa) |
|------------|--------------|-------------------------|-------------------|------------------------|--------------------|----------------------|-----------------|
| R1 | 100 | 0,5 | 50 | 2×10^{-3} | $19,4 \pm 2,9$ | $231,3 \pm 15,8$ | 0,14 |
| R2 | 100 | 1,5 | 75 | $2,5 \times 10^{-3}$ | $21,2 \pm 1,1$ | $242,1 \pm 28,1$ | 0,16 |
| R3 | 100 | 2,5 | 100 | 3×10^{-3} | $24,7 \pm 3,6$ | $273,7 \pm 24,2$ | 0,20 |
| R4 | 150 | 0,5 | 75 | 3×10^{-3} | $19,3 \pm 0,2$ | $243,6 \pm 12,2$ | 0,12 |
| R5 | 150 | 1,5 | 100 | 2×10^{-3} | $9,3 \pm 1,8$ | $167,0 \pm 18,9$ | 0,02 |
| R6 | 150 | 2,5 | 50 | $2,5 \times 10^{-3}$ | $17,4 \pm 2,3$ | $225,6 \pm 13,8$ | 0,10 |
| R7 | 200 | 0,5 | 100 | $2,5 \times 10^{-3}$ | $17,8 \pm 3,3$ | $230,9 \pm 24,1$ | 0,10 |
| R8 | 200 | 1,5 | 50 | 3×10^{-3} | $17,9 \pm 1,4$ | $228,7 \pm 16,3$ | 0,11 |
| R9 | 200 | 2,5 | 75 | 2×10^{-3} | $16,8 \pm 3,8$ | $187,7 \pm 28,5$ | 0,13 |

Tablo 8'e göre en yüksek nanosertlik ve elastik modülü değerleri 24,7 GPa ve 273,7 GPa ile R3 numaralı numuneden elde edilirken, en düşük nanosertlik ve elastik modülü değerleri 9,3 GPa ve 167,0 GPa ile R5 numaralı numuneden elde edilmiştir. Tablo 8'den ayrıca düşük frekans değerinde (100 kHz) yüksek nanosertlik değeri elde edildiği görülürken, yüksek frekans değerinde (200 kHz) izafi olarak daha düşük nanosertlik değeri elde edildiği görülmüştür. Bu durumun yüksek frekans değerinde yüksek iyon

bombardımanı nedeniyle kaplamalarda meydana gelen iç gerilme rahatlamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Nanosertlik değerleri için yapılan istatistikî incelemeler sonucunda elde edilen S/N grafikleri Şekil 41’de verilmiştir. Yapılan istatistikî analiz sonucunda nanosertlik değeri için en etkin parametre çalışma basıncı olarak elde edilirken, en az etkili parametre ise bias gerilimi olarak elde edilmiştir (Şekil 41 ve Tablo 9). Yu ve arkadaşları Taguchi deney tasarımı yöntemini kullanarak yapmış oldukları çalışmada da çalışma basıncının kaplamanın sertliğine en fazla etki eden parametre olduğunu ifade etmişlerdir [99]. Nanosertlik değerleri için yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen sonuçlar Tablo 10’da verilmiştir. ANOVA analizi sonucuna göre nanosertlik değeri için en etkin parametre olan çalışma basıncının katkı yüzdesi %40,25 olarak hesaplanmıştır. Frekans ve görev zamanının nanosertlik değerlerine katkı yüzdeleri ise %25,13 ve %21,12 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 41. Kaplama parametrelerinin nanosertlik değerlerine etkisi

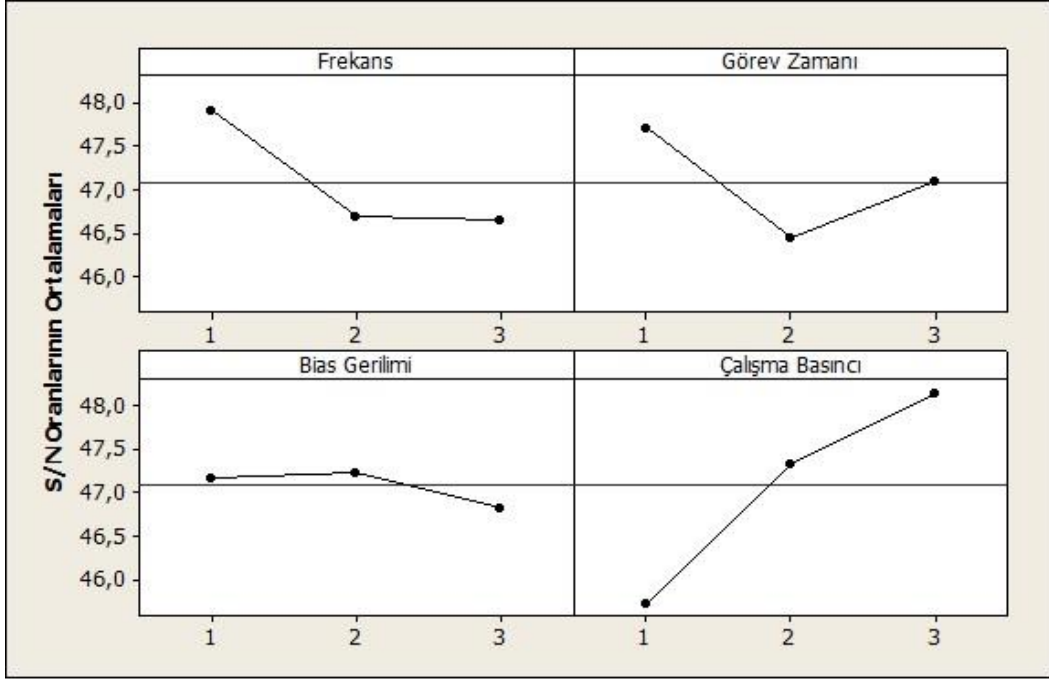
Tablo 9. Nanosertlik değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

| Parametreler | Nanosertlik (GPa) | | | Delta (Maks.-Min.) | Etki Derecesi |
|-----------------|-------------------|----------|----------|--------------------|---------------|
| | Seviye 1 | Seviye 2 | Seviye 3 | | |
| Frekans | 26,71 | 23,89 | 24,86 | 2,82 | 2 |
| Görev Zamanı | 26,09 | 23,65 | 25,72 | 2,44 | 3 |
| Bias Gerilimi | 25,21 | 26,18 | 24,08 | 2,10 | 4 |
| Çalışma Basıncı | 23,21 | 25,45 | 26,80 | 3,59 | 1 |

Tablo 10. Nanosertlik değerleri için ANOVA tablosu

| Değişimin Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kareler | F Değeri | P Değeri | Katkı Yüzdesi (%) |
|-------------------------|---------------------|-----------------|------------------|----------|----------|-------------------|
| Frekans (Hz) | 2 | 12,327 | 6,164 | 1,86 | 0,349 | 25,13 |
| Görev Zamanı (μ s) | 2 | 10,358 | 5,179 | 1,56 | 0,390 | 21,12 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 2 | 19,738 | 9,869 | 2,98 | 0,251 | 40,25 |
| Kalıntı Hata | 2 | 6,620 | 3,310 | | | |
| Toplam | 8 | 49,043 | | | | |

Elastik modül için yapılan istatistiksel incelemelerde de en etkin parametre çalışma basıncı olarak elde edilirken, en az etkili parametre ise bias gerilimi olarak elde edilmiştir (Şekil 42 ve Tablo 11). Yapılan ANOVA analizine göre (Tablo 12) en etkin parametre olan çalışma basıncının elastik modülü değerleri üzerine katkı yüzdesi %61,36 olarak hesaplanmıştır. Frekansın ve görev zamanının katkı yüzdeleri ise sırasıyla %20,55 ve %16,07 olarak elde edilmiştir. Tablo 8'den görüldüğü üzere çalışma basıncının en yüksek olduğu R3, R4 ve R8 numunelerinde en yüksek elastik modül değerleri elde edilmiştir.



Şekil 42. Kaplama parametrelerinin kaplamanın elastiklik modülüne etkisi

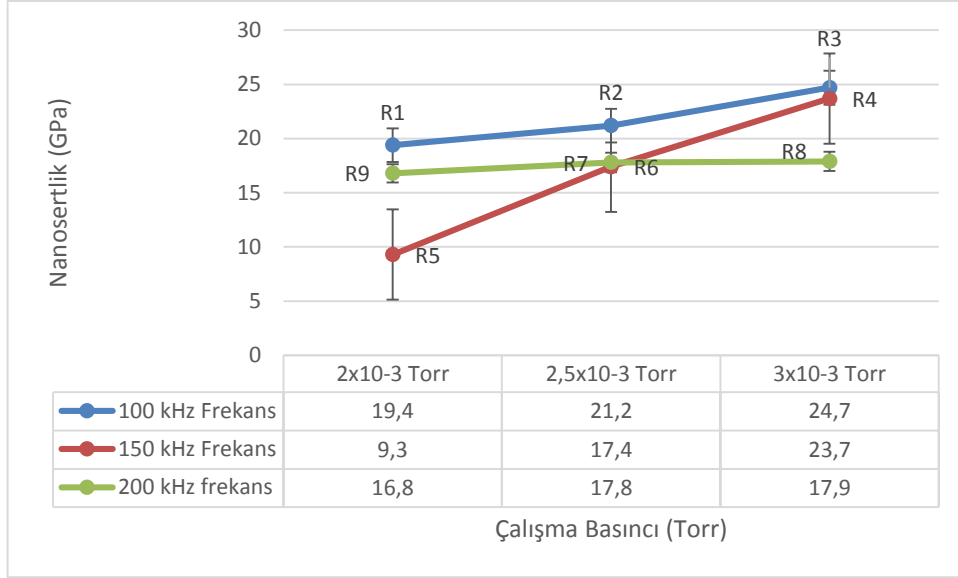
Tablo 11. Kaplamanın elastik modülü değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

| Parametreler | Elastik Modülü (GPa) | | | Delta (Maks.-Min.) | Etki Derecesi |
|-------------------------|----------------------|----------|----------|-----------------------|------------------|
| | Seviye 1 | Seviye 2 | Seviye 3 | | |
| Frekans (Hz) | 47,90 | 46,69 | 46,64 | 1,26 | 3 |
| Görev Zamanı (μ s) | 47,70 | 46,44 | 47,09 | 1,26 | 2 |
| Bias Gerilimi (V) | 47,18 | 47,24 | 46,82 | 0,41 | 4 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 45,74 | 47,34 | 48,16 | 2,43 | 1 |

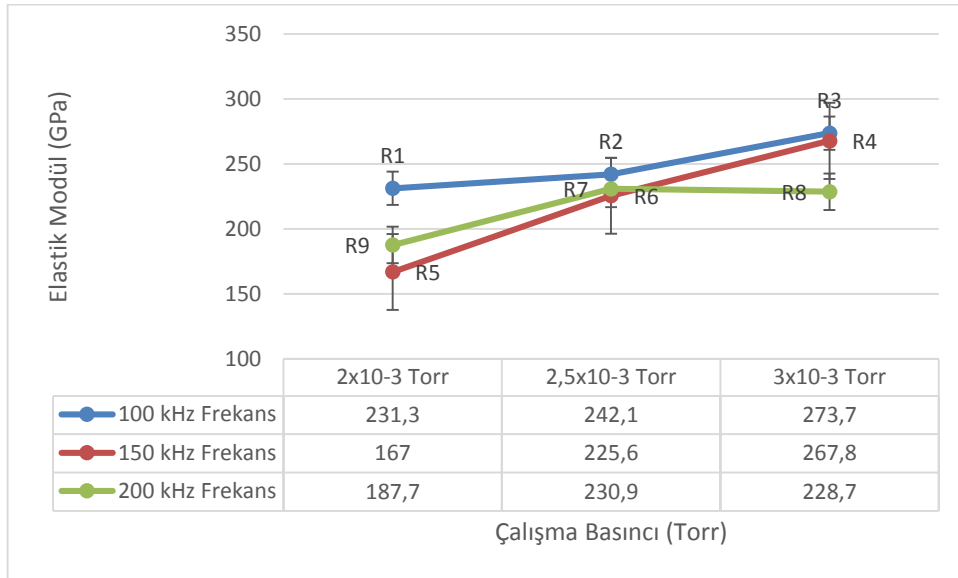
Tablo 12. Elastik modülü değerleri için ANOVA tablosu

| Değişimin Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kareler | F Değeri | P Değeri | Katkı Yüzdesi (%) |
|-------------------------|---------------------|-----------------|------------------|----------|----------|-------------------|
| Frekans (Hz) | 2 | 3,0605 | 1,5303 | 10,21 | 0,089 | 20,55 |
| Görev Zamanı (μ s) | 2 | 2,3933 | 1,1967 | 7,98 | 0,111 | 16,07 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 2 | 9,1360 | 4,5680 | 30,47 | 0,032 | 61,36 |
| Kalıntı Hata | 2 | 0,2998 | 0,1499 | | | |
| Toplam | 8 | 14,8897 | | | | |

Uygulanan darbe frekans değerinin 100 kHz olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 kaplama parametreleriyle büyütülmüş numunelerin nanosertlik ve elastik modülü değerlerine bakıldığında en yüksek nanosertlik ve elastik modülü değerinin R3 numaralı kaplama parametreleriyle 24,7 GPa ve 273 GPa olarak elde edilirken en düşük nanosertlik değeri R1 parametreleriyle 19,4 GPa ve 231,3 GPa olarak elde edildiği görülmektedir. Tablo 8, Şekil 43 ve Şekil 44'den en etkin parametre olan çalışma basıncının artmasıyla sertliğin ve elastik modülün de arttığı görülmektedir. Bu durum çalışma basıncının artmasıyla birlikte plazmadaki iyon yoğunluğunun artmasıyla ilişkili olduğu düşünülmektedir. Plazmadaki iyon yoğunluğu arttıkça büyüyen film daha fazla iyon ile bombardıman edilip daha boşluksuz ve sıkı yapıya sahip bir kaplama elde edilerek sertliğin arttığı düşünülmüştür.



Şekil 43. Nanosertlik değerinin çalışma basıncı ve frekans değerlerine göre değişimi



Şekil 44. Elastik modülü değerinin çalışma basıncı ve darbe frekansı değerlerine göre değişimi

Wang ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada çalışma basıncının artmasıyla birlikte kaplama sertliğinin de arttığını ifade edilmiştir [121]. Çalışmada yüksek çalışma basınçlarında elde edilen yüksek sertliğin yapıdaki faz kompozisyonuna bağlı olduğu ifade edilmiştir [121]. Bu çalışmada da Şekil 30-32 karşılaştırmalı olarak incelendiğinde çalışma basıncının artmasıyla birlikte bu numunelerdeki fazların şiddetinin azaldığı görülmektedir.

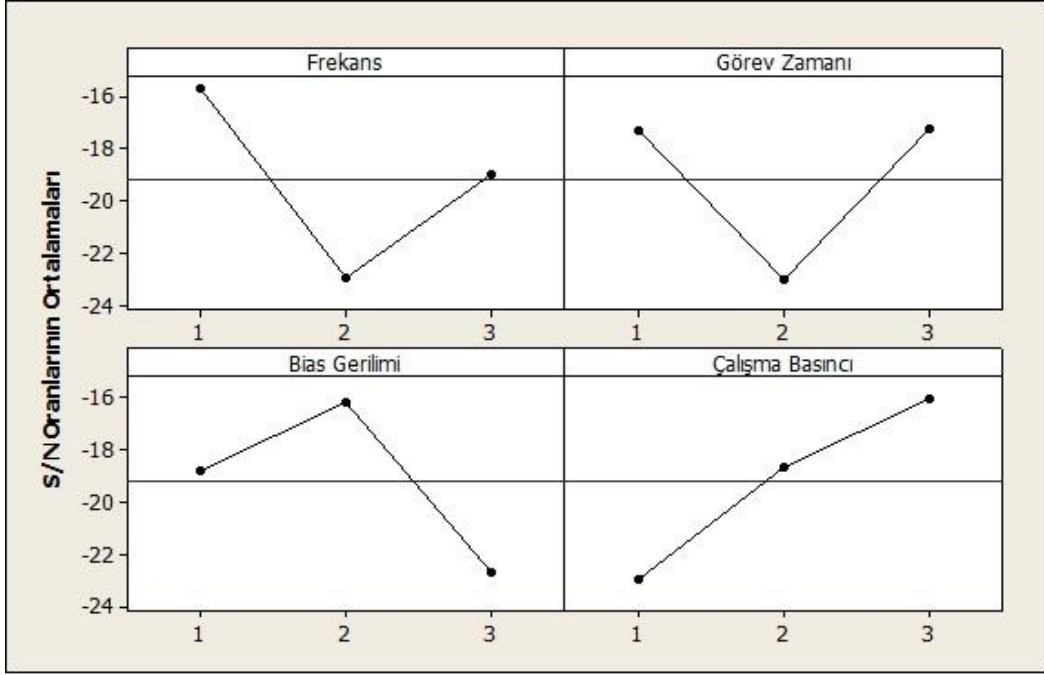
Burada fazların şiddetleri azalarak tane boyutunun artmasıyla sertliği artırıcı bir etki yaptığı söylenebilir. XRD pikleri R1 (Şekil 32) numunesinde izafi olarak daha dar ve keskin görünüme sahip iken, R2 (Şekil 33) ve R3 (Şekil 34) numunesinde piklerin şiddeti azalarak genişlemiştir. Bu durum da, film yapısında tanelerinin küçülmesiyle sertliğin arttığını belirten önemli bir göstergedir. Diğer kaplama parametrelerinin de düşüğe olsa sertliğin artmasında artırıcı etkiye sahip olduğu düşünülmüştür. Barchilia ve arkadaşları NbAlN kaplaması ile ilgili yaptıkları çalışmada bias voltajının artmasıyla sertliğin artmasında büyütülen film tabakasına uygulanan iyon bombardımanının etkin olduğu ifade edilmiştir [110]. İyon bombardımanı arttıkça sürekli yeniden çekirdeklenme etkisi nedeniyle tane boyutunu artırıcı bir etkide bulunmayıp aksine inceltici etkide bulunduğunu ifade etmişlerdir [110]. Zhang ve arkadaşları bias gerilimin artmasıyla plazmada bulunan iyonların taban malzemeye yönelerek yüzeyde tercihli bölgeler oluşturup bası gerilmelerini artırarak kaplama tabakasında sertliği artırdığını ifade etmişlerdir [143]. Aynı çalışmada bias gerilimin artmasının yapıda sıçratılmış olan iyon ve elektronların kinetik enerjilerini artırıcı bir etki yapacağı ifade edilmektedir. Kinetik enerjileri artmış iyonların kaplamaya yönelmesiyle kaplama yoğunluğunun artmasına, bunun da sertliği artırıcı bir etkiye neden olduğu ifade edilmiştir [143]. Bu çalışmada da artan bias voltajı ve görev zamanının kaplamanın yoğunluğunu artırarak sertliği artırıcı bir etkiye neden olduğu düşünülmektedir.

Uygulanan darbe frekansının 150 kHz olarak sabit tutulduğu R4, R5 ve R6 numunelerinin Tablo 8'den nanosertlik değerleri incelendiğinde en yüksek nanosertlik ve elastik modülü değerlerinin R4 kaplama parametreleriyle üretilen numunede 23,7 GPa ve 267,8 GPa olarak elde edilirken, en düşük nanosertlik ve elastik modülü değerleri R5 kaplama parametreleriyle üretilen numunede 9,3 GPa ve 167,8 GPa olarak elde edildiği görülmektedir. Bu numunelerde en yüksek bias voltaj ve en düşük çalışma basıncına sahip R5 numunesinde en düşük nanosertlik ve elastik modülü değerleri elde edildiği görülmüştür. Bu durum, R5 numunesinin mikro yapısıyla ilgili olabileceği düşünülmektedir. Şöyle ki; Şekil 36'dan R5 numunesinin XRD grafiği incelendiğinde elde edilen piklerin çok şiddetli ve genişliklerinin dar olduğu görülmektedir. Bu da kaplamayı oluşturan tanelerin daha büyük olduğunu gösterir. Tane büyüklüğünün artması hall-patch eşitliğine göre sertliğin azalmasına neden olacağını göstermektedir. Sertliğin R5'e göre yüksek olduğu R4 ve R6 numunelerinin XRD yansımalarına bakıldığında (Şekil 35 ve Şekil 37) piklerin daha düşük şiddette ve daha geniş olduğu görülmektedir. Bu durum daha önceden ifade edildiği gibi kaplamaların daha küçük tane boyutuna sahip olmasına neden olup sertliği artırmıştır. Şekil

43 ve 44'ten bu numunelerde de çalışma basıncı arttıkça kaplamaların nanosertlik ve elastik modülü değerlerinin de arttığı görülmektedir.

Uygulanan darbe frekansı değerinin 200 kHz olduğu R7, R8 ve R9 numunelerinin nanosertlik değerlerinin sırasıyla 17,8 GPa, 17,9 GPa, ve 16,8 GPa şeklinde olup birbirlerine oldukça yakın olarak elde edilmiştir. Elastik modülü değerlerinin ise 230,9, 228,7 ve 187,7 şeklinde elde edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde bu numunelerde elde edilen sertlik ve elastik modülü değerlerine kaplama parametrelerinin etkisiyle ilgili kesin bir yargıya ulaşmak mümkün görünmemektedir. Sadece yüksek frekansta kaplanmış bu numunelerde çalışma basıncı arttıkça nanosertlik değerinde hafif bir artış görülmektedir (Şekil 43). Elastik modül değerlerinde ise çalışma basıncı 2×10^{-3} Torr değerinden $2,5 \times 10^{-3}$ Torr değerine artırıldığında elastik modül değerinin de arttığı, 3×10^{-3} Torr değerine çıkıldığında ise hafif bir şekilde azaldığı görülmüştür (Şekil 44).

H^3/E^2 oranı için yapılan istatistiki incelemeler sonucunda elde edilen H^3/E^2 oranı için en etkin parametrenin frekans olduğu ve en az etkili olan parametrenin ise görev zamanı olduğu belirlenmiştir (Şekil 45 ve Tablo 13). H^3/E^2 oranı için yapılan ANOVA analizi sonuçları Tablo 14'te verilmiştir. En etkin parametre olan frekansın sonuçlara katkı yüzdesi %28,33 olarak hesaplanmıştır. Bias gerilimi ve çalışma basıncının katkı yüzdeleri ise sırasıyla %22,53 ve %25,80 olarak elde edilmiştir.



Şekil 45. Kaplama parametrelerinin kaplamanın H^3/E^2 oranlarına etkisi

Tablo 13. Kaplamanın H^3/E^2 oranına etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

| Parametreler | H^3/E^2 (GPa) | | | Delta (Maks.-Min.) | Etki Derecesi |
|-------------------------|-----------------|----------|----------|-----------------------|------------------|
| | Seviye 1 | Seviye 2 | Seviye 3 | | |
| Frekans (Hz) | 15,66 | 22,96 | 18,96 | 7,30 | 1 |
| Görev Zamanı (μ s) | 17,32 | 23,02 | 17,23 | 5,79 | 4 |
| Bias Gerilimi (V) | 18,75 | 16,18 | 22,65 | 6,48 | 3 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 22,93 | 18,64 | 16,02 | 6,91 | 2 |

Tablo 14. Kaplamanın H^3/E^2 oranı için ANOVA tablosu

| Değişimin Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kareler | F Değeri | P Değeri | Katkı Yüzdesi (%) |
|------------------------|---------------------|-----------------|------------------|----------|----------|-------------------|
| Frekans (Hz) | 2 | 80,17 | 40,08 | 1,21 | 0,452 | 28,33 |
| Bias Gerilimi (V) | 2 | 63,78 | 31,89 | 0,97 | 0,509 | 22,53 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 2 | 73,02 | 36,51 | 1,11 | 0,475 | 25,80 |
| Kalıntı Hata | 2 | 66,01 | 33,00 | | | |
| Toplam | 8 | 282,97 | | | | |

Frekansın 100 kHz olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numunelerine bakıldığında en yüksek H^3/E^2 oranları R3 numunesinde elde edilirken, en düşük H^3/E^2 oranları R1 numunesinde elde edilmiştir. Frekansın 150 kHz olarak sabit tutulduğu R4, R5 ve R6 numunelerinde en yüksek H^3/E^2 değerleri R4 numunesinde elde edilirken, en düşük H^3/E^2 değerleri R5 numunesinde elde edilmiştir. Frekansın 200 kHz olarak sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numuneleri incelendiğinde en düşük H^3/E^2 oranı R7 numaralı numunede elde edilirken, en yüksek H^3/E^2 oranının R9 numaralı numuneden elde edildiği görülmüştür.

3.6. Adezyon Deneyleri İncelemeleri

Malzemelerin yüzeylerine aşınma dirençlerini arttırmak amacıyla uygulanan kaplamaların adezyon dayanımını belirlemek için kullanılacak en etkin yöntemlerden biri çizik testidir. Bu test sayesinde elde edilen kaplamaların kendi mukavemet değerleri ve uygulandıkları yüzeyden soyulma dirençleri etkin bir şekilde belirlenebilmektedir.

Bir kaplamada hasara neden olan kritik yük değerleri kaplamanın adezyon direncini belirlemek için kullanılmaktadır. Bu kritik yüklerden kaplamanın ilk çatlama belirtisinin ortaya çıktığı yük değeri L_{c1} düşük kritik yük değeri olarak kaplamanın kendi içindeki kohezyon direncini gösteren yük olarak tanımlanmıştır [144]. L_{c2} yüksek kritik yükü ise kaplamanın taban malzemeden soyulmaya başladığı yük değeri olarak ifade edilmektedir [144]. Kaplamaların adezyon değerlerine etkiyen pek çok iç ve dış faktörler söz konusudur. Buradaki etkin iç faktörler; yükleme hızı, batıcı uç şekli iken, dış faktörler; taban malzeme cinsi, kaplama tabakasının mekanik özellikleri ve kaplama yüzeyinin şartları, kaplama

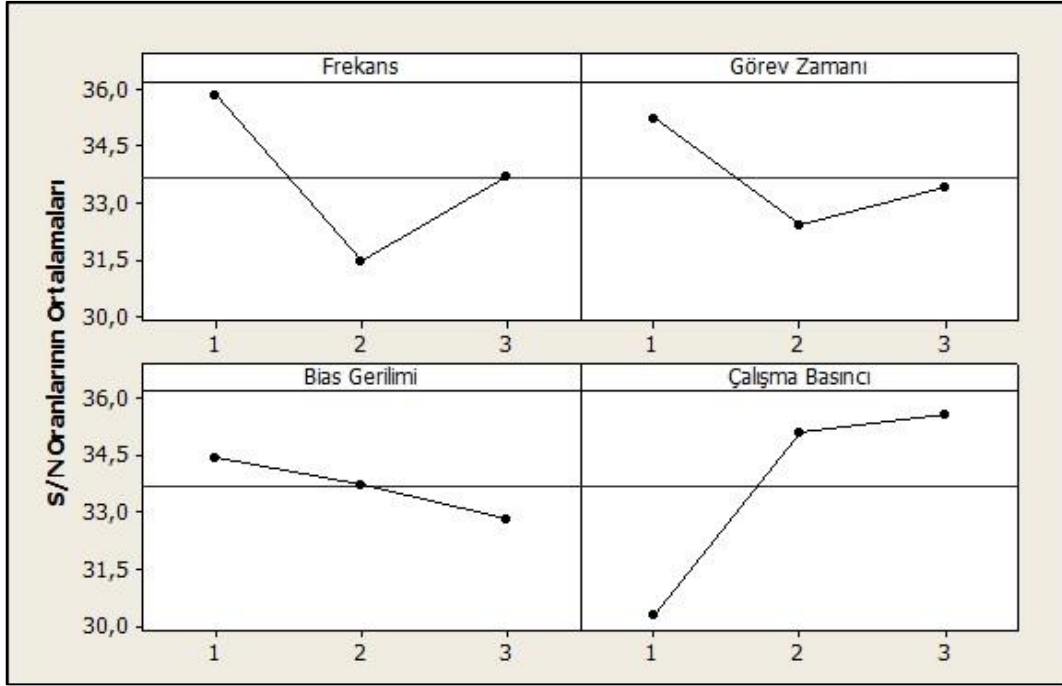
parametreleri, sürtünme katsayısı ve ölçümün gerçekleştirildiği ortam koşullarıdır [145]. Adezyon testi sonuçları kaplamaların aşınma davranışını etkileyen en önemli özelliklerden biridir.

Yapılan adezyon deneyleri sonucunda ilk pullanmanın meydana geldiği değeri gösteren L_{c1} ve soyulmanın başladığı L_{c2} kritik yük değerleri Tablo 15'te verilmiştir. Bu çalışmada kaplamaların adezyon dayanımı, çoğu literatürde de olduğu gibi, L_{c2} kritik yüküne karşılık gelen değerler üzerinden yorumlanmıştır. Yapılan ölçümler sonucunda en yüksek kritik L_{c2} yükü 68N ile en yüksek sertliğe ve elastik modül değerine sahip R3 kaplama şartlarında elde edilirken, en düşük kritik L_{c2} yükü 20 N ile en düşük sertliğe ve elastik modül değerine sahip R5 kaplama şartlarında elde edilmiştir (Tablo 15).

Tablo 15. Kaplamaların ortalama adezyon testi sonuçları

| Kaplama Adı | Frekans (Hz) | Görev Zamanı (μ s) | Bias Gerilimi (V) | Çalışma Basıncı (Torr) | L_{c1} (N) | L_{c2} (N) |
|-------------|--------------|-------------------------|-------------------|------------------------|--------------|--------------|
| R1 | 100 | 0,5 | 50 | 2×10^{-3} | $26 \pm 2,8$ | $55 \pm 4,2$ |
| R2 | 100 | 1,5 | 75 | $2,5 \times 10^{-3}$ | $29 \pm 0,7$ | $64 \pm 2,8$ |
| R3 | 100 | 2,5 | 100 | 3×10^{-3} | $35 \pm 1,4$ | $68 \pm 1,4$ |
| R4 | 150 | 0,5 | 75 | 3×10^{-3} | $39 \pm 2,1$ | $56 \pm 4,2$ |
| R5 | 150 | 1,5 | 100 | 2×10^{-3} | $5 \pm 2,8$ | $20 \pm 4,2$ |
| R6 | 150 | 2,5 | 50 | $2,5 \times 10^{-3}$ | $30 \pm 7,1$ | $47 \pm 2,8$ |
| R7 | 200 | 0,5 | 100 | $2,5 \times 10^{-3}$ | $16 \pm 2,8$ | $62 \pm 8,4$ |
| R8 | 200 | 1,5 | 50 | 3×10^{-3} | $21 \pm 5,6$ | $57 \pm 2,8$ |
| R9 | 200 | 2,5 | 75 | 2×10^{-3} | $17 \pm 2,8$ | $32 \pm 2,8$ |

Adezyon dayanımının S/N oranları daha yüksek daha iyi ölçütüne göre hesaplanmıştır. Elde edilen S/N grafiği Şekil 46'da verilmiştir. Her bir parametrenin S/N oranlarının ortalamaları Tablo 16'da verilmiştir. Şekil 46 ve Tablo 16'dan kaplamalarının adezyon dayanımına etki eden en önemli parametrenin çalışma basıncı olduğu belirlenmiştir. En az etkili parametrenin ise bias gerilimi olduğu belirlenmiştir.



Şekil 46. Kaplama parametrelerinin L_{c2} değerlerine etkisi

Tablo 16. L_{c2} değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

| Parametreler | L_{c2} (N) | | | Delta (Maks.-Min.) | Etki Derecesi |
|-------------------------|--------------|----------|----------|-----------------------|------------------|
| | Seviye 1 | Seviye 2 | Seviye 3 | | |
| Frekans (Hz) | 35,86 | 31,48 | 33,69 | 4,38 | 2 |
| Görev Zamanı (μ s) | 35,21 | 32,42 | 33,40 | 2,79 | 3 |
| Bias Gerilimi (V) | 34,46 | 33,73 | 32,84 | 1,62 | 4 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 30,31 | 35,14 | 35,58 | 5,27 | 1 |

Kaplamaların L_{c2} kritik yük değeri için yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 17’de verilmiştir. ANOVA tablosuna göre en etkin parametre olan çalışma basıncının katkı yüzdesi %53,38 olarak hesaplanmıştır. İkinci dereceden etkin parametre olan frekansın katkı yüzdesi %30,05 ve görev zamanının katkı yüzdesi ise %12,48 olarak hesaplanmıştır.

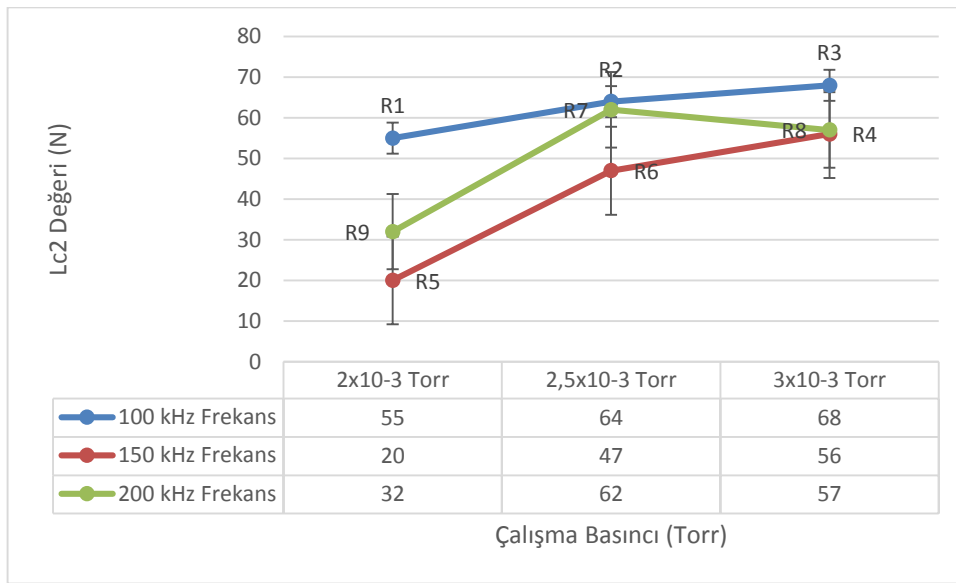
Tablo 17. L_{c2} değerleri için ANOVA tablosu

| Değişimin Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kareler | F Değeri | P Değeri | Katkı Yüzdesi (%) |
|-------------------------|---------------------|-----------------|------------------|----------|----------|-------------------|
| Frekans (Hz) | 2 | 28,842 | 14,421 | 7,34 | 0,120 | 30,05 |
| Görev Zamanı (μ s) | 2 | 11,985 | 5,992 | 3,05 | 0,247 | 12,48 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 2 | 51,238 | 25,619 | 13,03 | 0,071 | 53,38 |
| Kalıntı Hata | 2 | 3,931 | 1,965 | | | |
| Toplam | 8 | 95,996 | | | | |

Kaplamaların bünyelerinde oluşan kalıntı gerilmeler, taban malzemesi ile kaplama malzemesi kafes parametrelerinin eşleşmemeleri ve kaplama ile taban malzemenin ısıl genleşme katsayıları arasındaki farklardan dolayı kaçınılmaz bir şekilde meydana gelmektedir [146]. Bu çalışmada taban malzeme ve kaplama arasındaki bu farklılıkları azaltmak için taban malzeme yüzeyine Ti kaplanıp daha sonra geçiş tabakası ile devam edilip ve en üst bölgeye TiAlCrNbN çalışma tabakası kaplanmıştır.

Darbe frekansının 100 kHz olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numuneleri dikkate alındığında L_{c2} kritik yükleri sırasıyla 55N, 64N ve 68N olarak elde edilmiştir. Çalışma basıncı arttıkça iyonizasyon artmaktadır [147]. Bias gerilimi ve görev zamanının artmasıyla da kaplamanın yoğunluğu artmıştır. Yoğunluktaki bu artışın adezyon direncinin artmasına katkıda bulunduğu düşünülmektedir. Adezyondaki bu artış bir yönden Lin ve arkadaşlarının da ifade ettiği yüksek enerjiye sahip iyonların kaplama işlemi esnasında kaplamada kusurlar oluşturarak ya da taban malzeme içerisine nüfuz ederek adezyonu artırabileceği yorumuna dayandırılmıştır [101]. Diğer yönden ise Lv ve arkadaşlarının ortaya koyduğu görev zamanının artmasıyla kaplamalarda kafes yapısında rahatlama ve bununda kaplama içerisindeki bası gerilmelerini azaltarak kaplamanın tokluğunu artırıcı ve adezyon direncini artırıcı etki sağladığı yorumuna dayandırılmıştır [135]. Ayrıca morfolojik incelemelere ve XRD sonuçlarına bakıldığında tane boyutu, artan kaplama parametreleriyle birlikte azalmıştır. Bu durum daha önceden ifade edildiği gibi sertliği artırarak kaplamaların plastik deformasyona karşı dirençlerini artırmıştır. Elde edilen adezyon değerlerindeki artış plastik deformasyona karşı direncin artmasıyla artmıştır. Şekil 45'te en etkin parametre olan çalışma basıncının artmasıyla da kaplamaların adezyon dirençlerinin arttığı görülmektedir. Sertlik

(Şekil 43), elastik modül (Şekil 44) ve adezyon dayanımı (Şekil 45) grafikleri beraber incelendiğinde kaplamaların sertlik ve elastik modülleri ile adezyon dayanımı arasındaki yakın ilişki bariz bir şekilde görülmektedir. Şekil 43 ve 44'den kaplamaların artan çalışma basıncıyla birlikte genel olarak sertlik ve elastik modülü değerlerinin de arttığı görülmüştür. Bilindiği üzere sertlik ve elastik modül arttıkça çizmeye ve plastik deformasyona karşı dirençte artmaktadır. Şekil 47'den genel olarak yüksek sertlik ve elastik modül değerlerine sahip numunelerin sertlik ve elastik modülü grafikleriyle benzer bir şekilde adezyon dayanımlarının da yüksek olduğu görülmüştür.



Şekil 47. Çalışma basıncına göre L_{c2} değerinin değişimi

Kaplamaların adezyon testi sonucunda elde edilen izlerin karakterize edilmesinde ASTM standardı dikkate alınmıştır [148]. Adezyon testi sonucunda elde edilen izler incelendiğinde R1, R2 ve R3 numunelerinin hepsinde kohezif çatlama (conformal cracking), toparlanma pullanması (recovery spallation, kaplamanın taban malzemedeki plastik deformasyonuna bağlı olarak batıcı ucun arkasında elastik toparlanmayla çizimin bir ya da her iki yanından soyulması), burkulma (buckling, kaplamanın batıcı ucun önünde düzensiz yaylar oluşturarak burkulması) ve adezif hasarlar meydana geldiği görülmüştür (Şekil 48-50) [148].

Darbe frekans değerinin 150 kHz olarak sabit olduğu R4, R5 ve R6 numuneleri dikkate alındığında, Tablo 15'de verildiği gibi en yüksek L_{c2} kritik yük değeri 56N olarak R4

numaralı numunede elde edilirken, en düşük L_{c2} kritik yük değeri 20N olarak R5 numaralı numuneden elde edilmiştir. Numunelerin sertlik ve elastik modülü değerlerine bakıldığında yüksek sertliğe ve elastik modüle sahip numunelerde L_{c2} değerlerinin de yüksek olduğu görülmüştür. Burada sertlik ve elastik modülü değerleri arttıkça malzemenin plastik deformasyona karşı direncinin de artmasından dolayı kaplamanın adezyon direnci de arttığı düşünülmektedir. Ayrıca literatürde yüksek kaplama kalınlığına sahip numunelerin yüksek kalıntı gerilmelere sahip olduklarından dolayı genel olarak daha düşük kritik yük değerleri davranışı gösterdikleri ifade edilmektedir [148]. Elde edilen kritik yük değerlerine bu açıdan bakıldığında azalan kaplama kalınlığı ile kritik yük değerlerinin de arttığı sonucu literatürle uyumludur. Şekil 45'e bakıldığında 150 kHz frekanstaki numunelerde de istatistiki analizlere göre en etkili parametre olan çalışma basıncının artmasıyla beraber L_{c2} değerinin de arttığı görülmektedir.

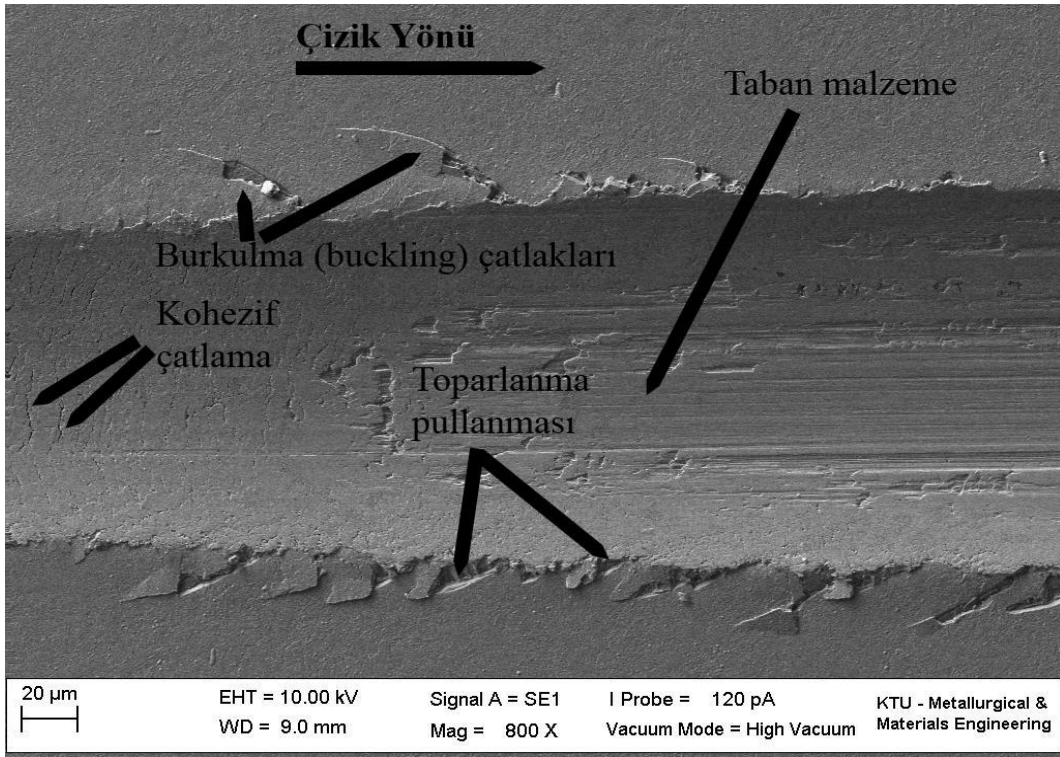
ASTM standardına göre çizik izleri incelendiğinde, R4 numunesinde özellikle toparlanma pullanması mekanizmasının ve yanal çatlakların etkin olduğu görülmektedir (Şekil 51). R5 numunesinde ise ufalanma (chipping) ve yanal çatlak mekanizmasının (Şekil 52) belirgin bir şekilde görülmüştür. Bu durum genel olarak kalınlığı yüksek olan kaplamalarda artan gerilmelerden dolayı yaygın bir şekilde görülmektedir [149]. R6 numunesinde ise yanal çatlamlar (lateral cracks) ile çekme etkisiyle oluşan balıksırtı görünümlü çatlama (forward chevron tensile cracks) mekanizmalarının etkin olduğu görülmüştür (Şekil 53) [148].

Darbe frekans değerinin 200 kHz olarak sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numunelerine bakıldığında en yüksek L_{c2} kritik yük değeri 62N olarak R7 numunesinde elde edilirken en düşük 32N olarak R9 numunesinde elde edilmiştir (Tablo15). Dikkat edildiğinde en yüksek kritik yük değeri elastik modül değeri en yüksek olan numunede elde edilmiştir. Sertlik değerleri bir birine yakın olan malzemelerde elastik modül değeri büyük olan malzemenin yük taşıma kabiliyeti de daha yüksektir. Dolayısıyla bu numunenin L_{c2} değeri de yüksek olarak ölçülmüştür. Şekil 47'den çalışma basıncının 2×10^{-3} Torr'dan $2,5 \times 10^{-3}$ Torr'a artırıldığında kaplamaların L_{c2} değerinin de arttığı, 3×10^{-3} Torr'a çıkartıldığında ise azaldığı görülmüştür. Dikkat edildiğinde kaplamaların sertlik ve elastik modülü değerlerinde de aynı davranışın sergilendiği görülmektedir (Şekil 43 ve 44). Bu durum sertlik ve elastik modül değerlerinin birbiriyle ilişkili olduğunu ortaya koymaktadır.

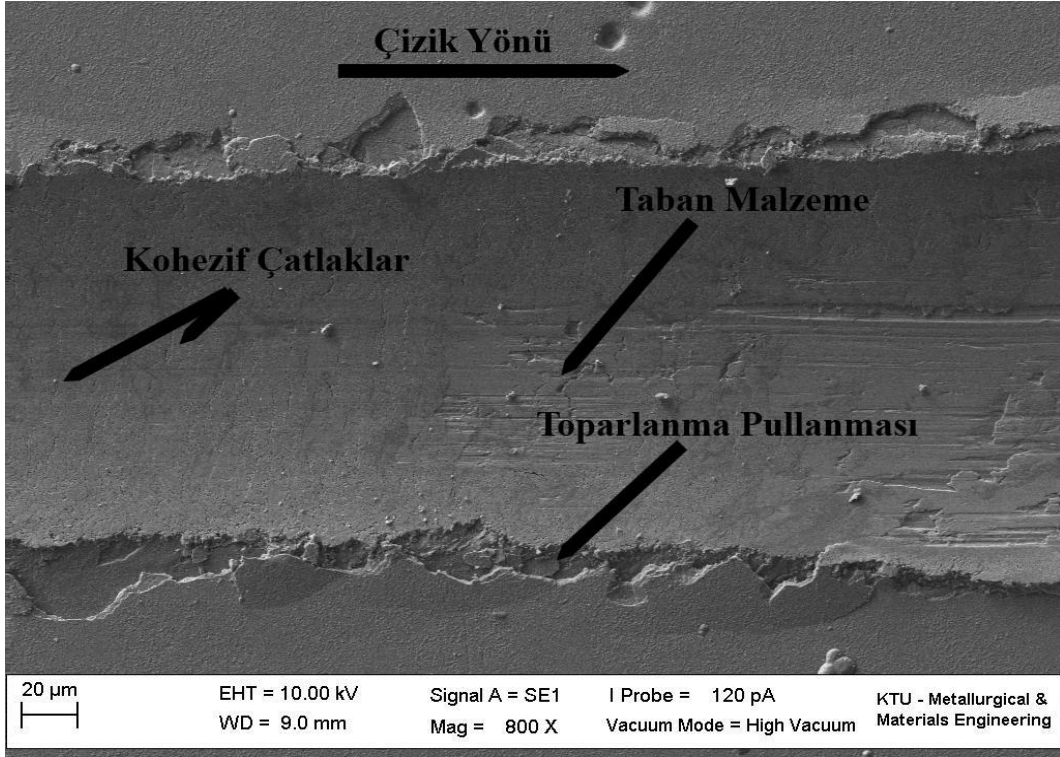
ASTM standardına göre adezyon mekanizmalarına bakıldığında Şekil 54'den R7 numunesinde yanal çatlakların ve toparlanma mekanizmasının etkin olduğu görülmektedir.

Şekil 55'den R8 numunesinde ise toparlanma pullanmasının etkin olduğu görülmektedir. R9 numunesinde toparlanma pullanmasına ek olarak kaplamanın şerit şeklinde taban malzemeden soyulduğu görülmüştür (Şekil 56).

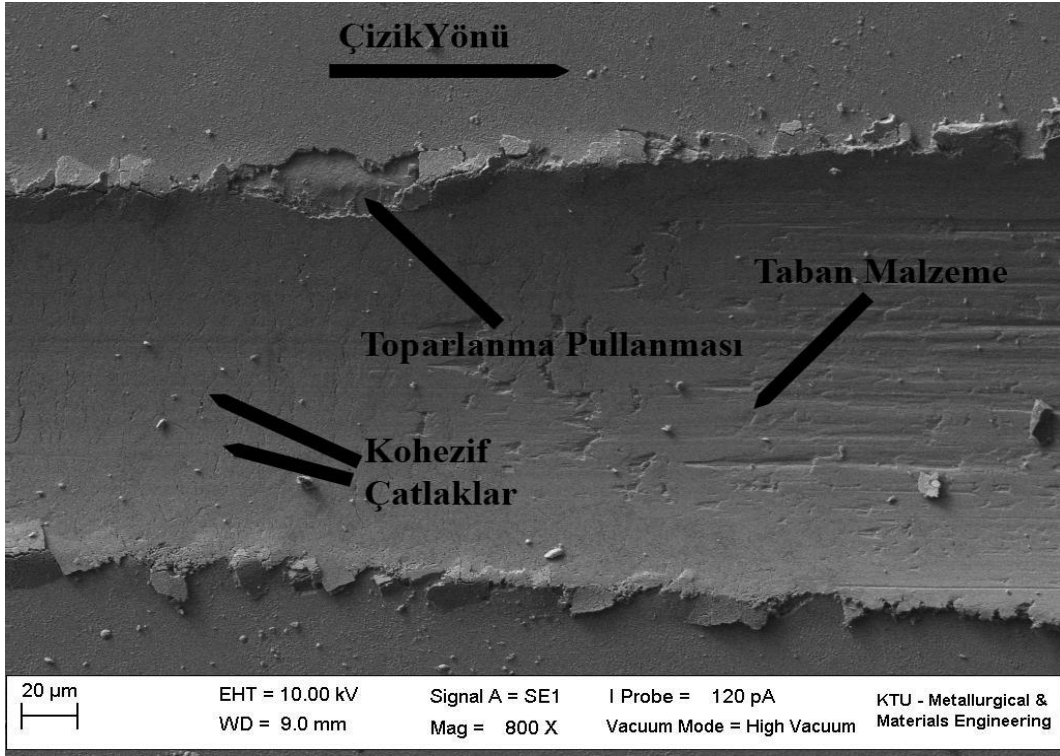
Genel olarak bütün numunelerin elde edilen çizik testi sonuçlarına bakıldığında, sabit darbe frekansı değerlerinde çalışma basıncının yüksek olduğu numunelerde (R3, R4) kritik yük değerleri de yüksek olarak elde edilmiştir. Kritik yük değerinin düşük olarak ölçüldüğü numunelerde (R1, R5 ve R9) ise çalışma basıncının en düşük seviyede olduğu görülmüştür. Buna ek olarak adezyon dayanımının yüksek olan numunelerin kaplama kalınlıklarının düşük olduğu, adezyon dayanımı düşük olan numunelerde ise kaplama kalınlıklarının yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum pek çok literatür ile de uyumluluk göstermektedir [148-151]. Ayrıca genel olarak frekansın 100 kHz olduğu R1, R2 ve R3 kaplama şartlarındaki numunelerin adezyon değerleri diğer numunelerden daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum düşük frekans değerlerinde kaplamaların iç gerilmelerinin daha düşük olmasıyla ilişkili olduğu düşünülmektedir. Frekansın artmasıyla iyonların sahip oldukları enerjinin artması kaplamalardaki basınç gerilmelerini artırarak kritik yüklerin azalmasına neden olduğu düşünülmektedir.



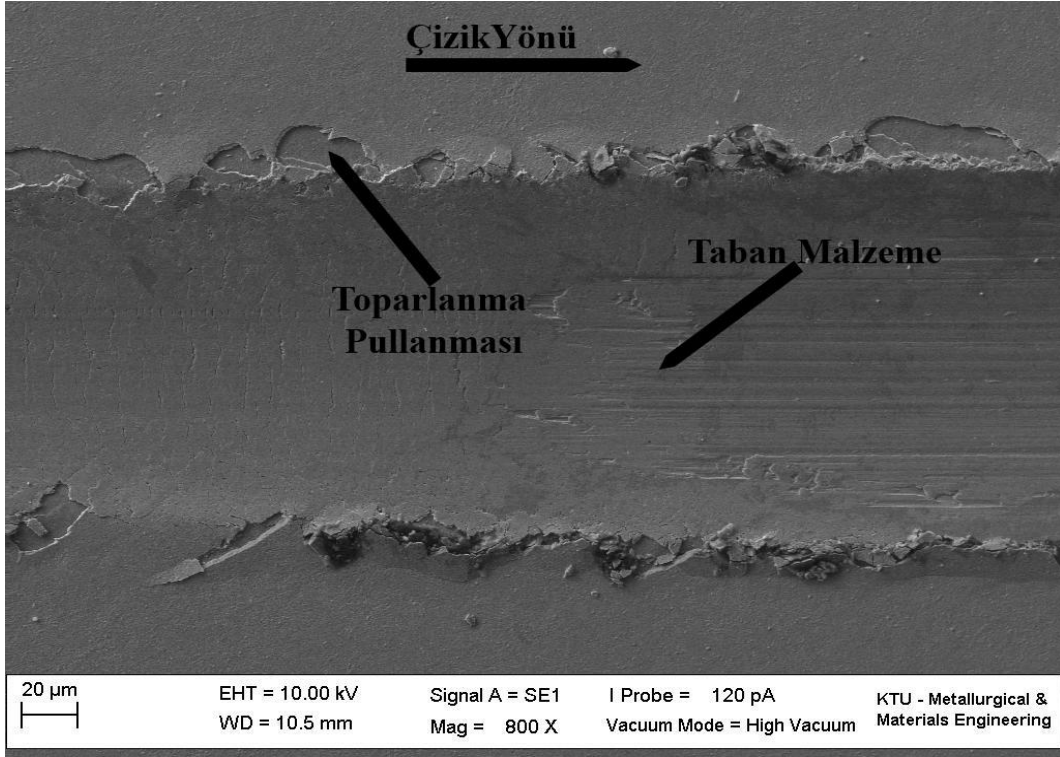
Şekil 48. R1 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü



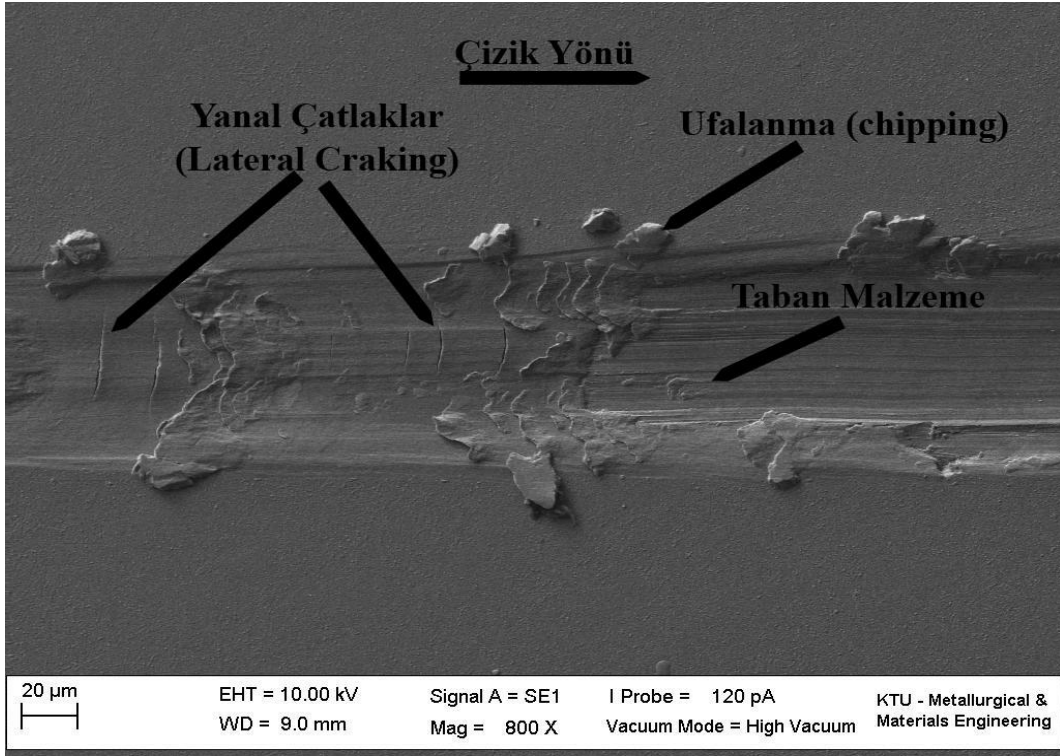
Şekil 49. R2 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü



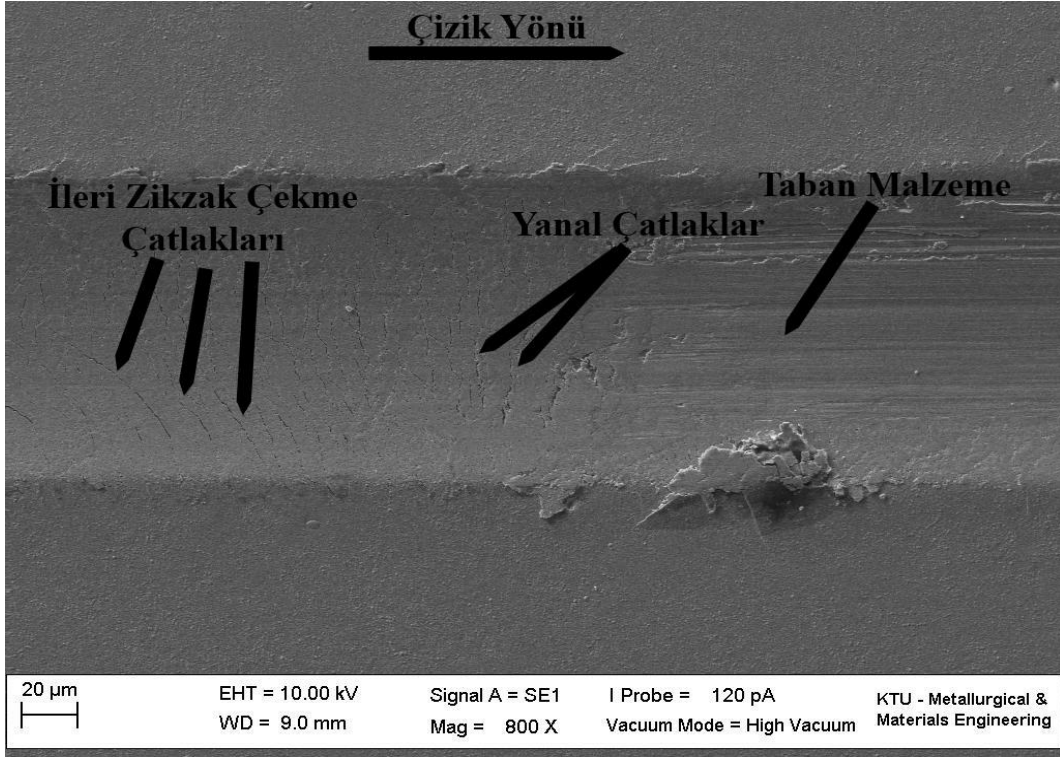
Şekil 50. R3 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü



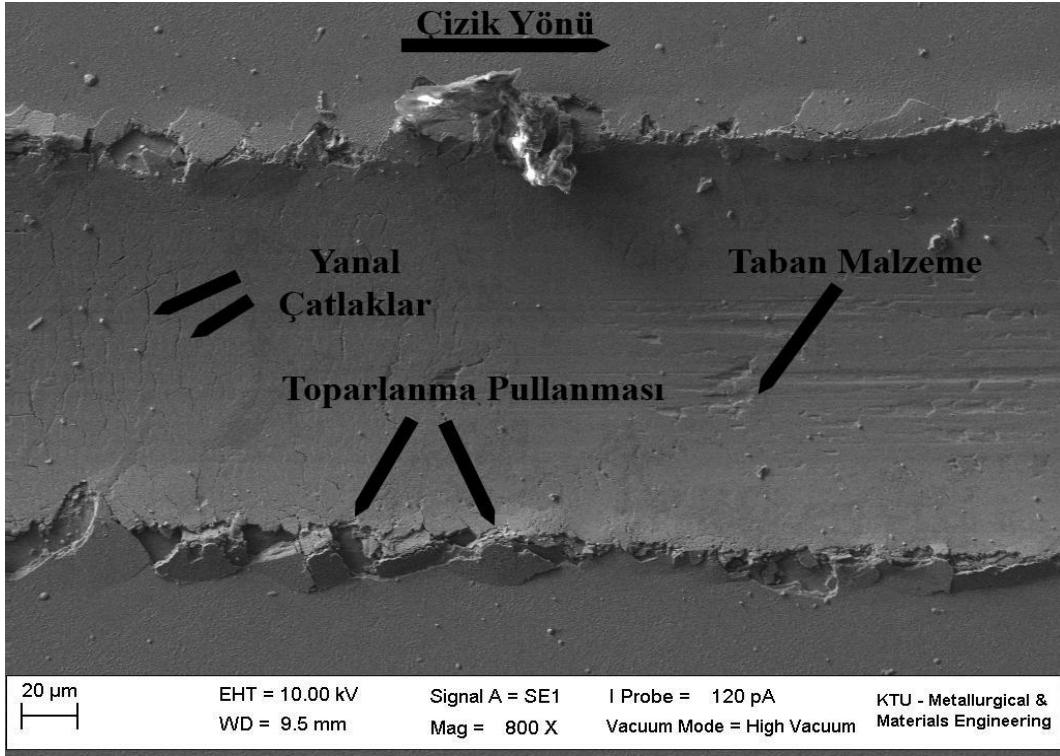
Şekil 51. R4 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü



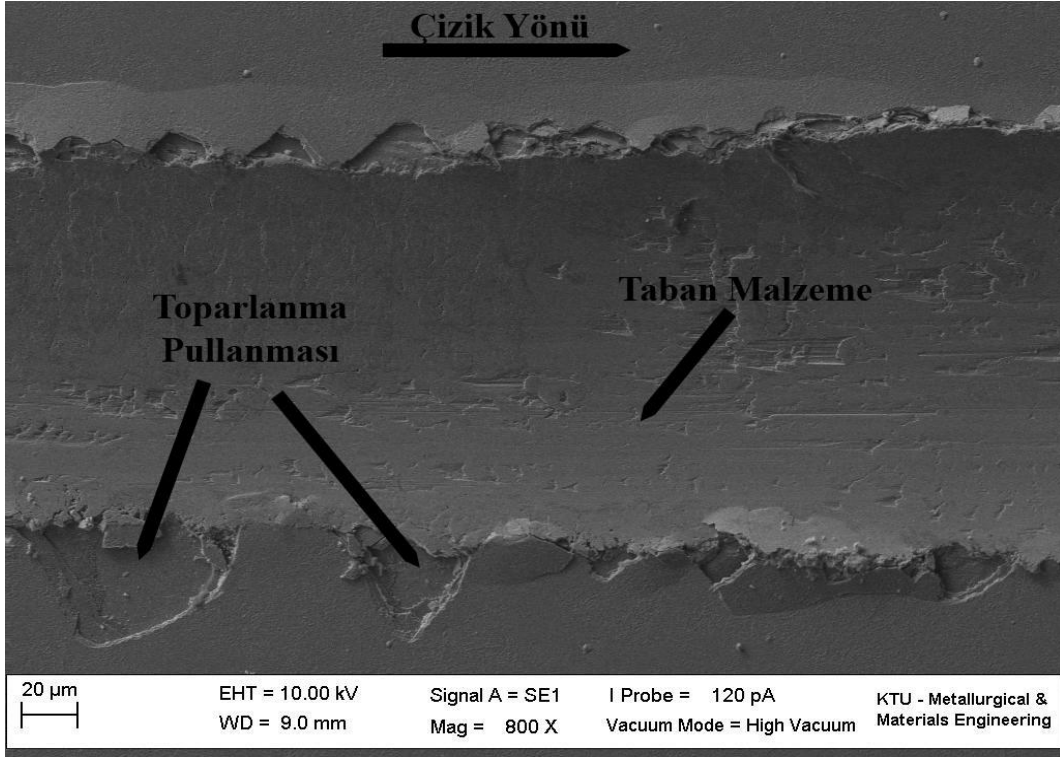
Şekil 52. R5 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü



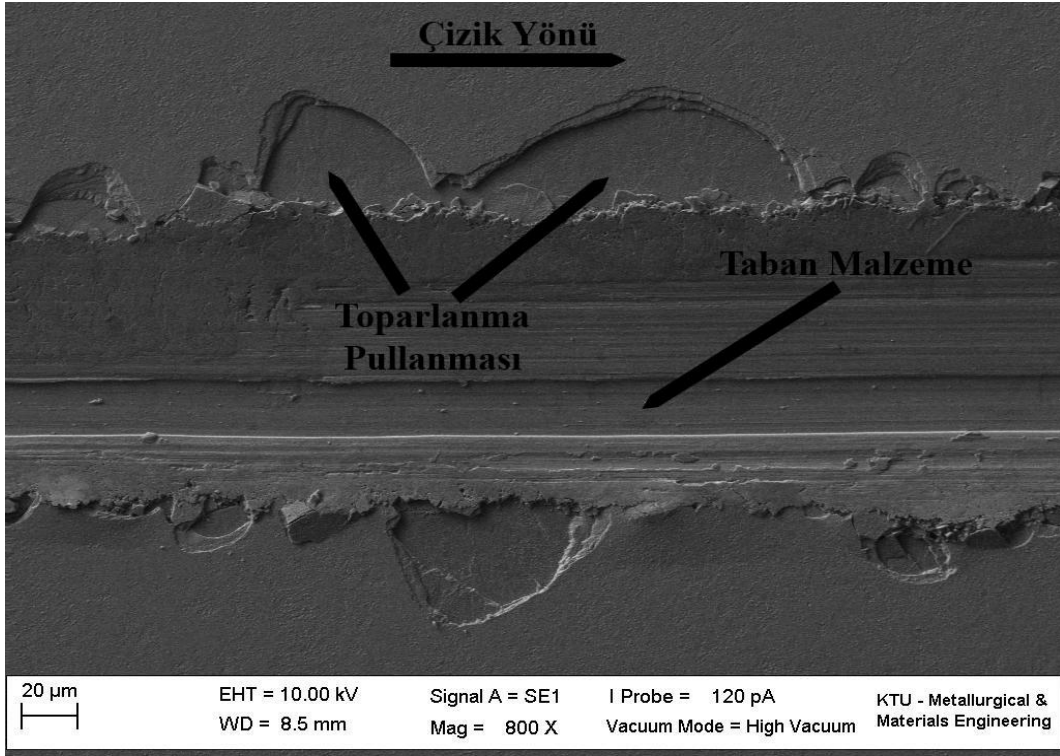
Şekil 53. R6 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü



Şekil 54. R7 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü



Şekil 55. R8 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü

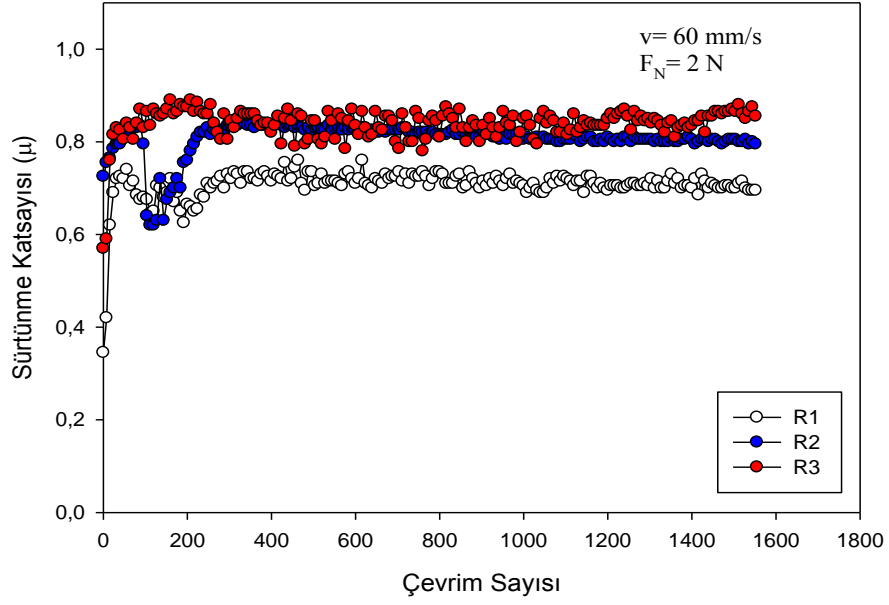


Şekil 56. R9 numunesinin L_{c2} kritik yük değerindeki çizik izi görünümü

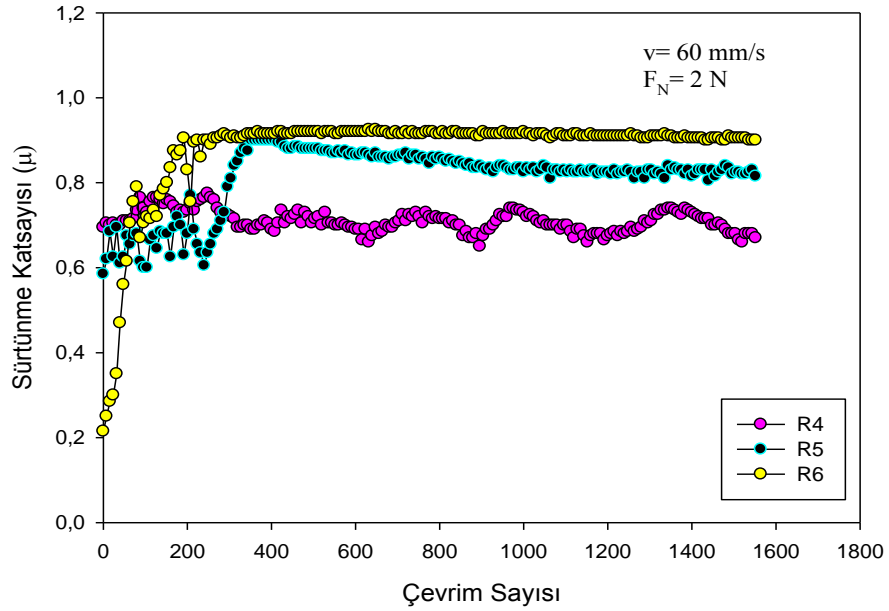
3.7. Sürtünme ve Aşınma DeneYleri İncelemeleri

TiAlCrNbN kaplamalarının sürtünme ve aşınma özellikleri oda sıcaklığında ve 450°C ortam sıcaklığında karşı yüzey olarak Al₂O₃ bilye seçilerek, ball-on disk triboloji deney cihazları kullanılarak incelenmiştir. Oda sıcaklığında yapılan deneylerden elde edilen sürtünme katsayısı grafikleri Şekil 57-60'da, ortalama sürtünme katsayısı değerleri ise Tablo 18'de verilmiştir. Şekil 60'tan oda sıcaklığında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde bütün kaplamaların 380 çevrim (200 saniyeye, 12 metre yol) kadar kararsız bir sürtünme katsayısı değeri gösterdiği 380 çevrimden deney bitimine kadar ise kararlı bir davranış gösterdiği görülmektedir. Deney başlangıcında meydana gelen sürtünme katsayısındaki dalgalanmanın numuneler ile aşındırıcı karşı yüzeyin pürüzlerinin birbirleriyle teması sonucunda kırılarak oluşturdukları küçük aşınma parçacıklarından (rodaj aşaması) meydana geldiği düşünülmektedir [152]. R1, R3, R4 ve R7 numunelerinin sürtünme katsayısı eğrileri incelendiğinde dalgalanmanın meydana geldiği görülmektedir (Şekil 57-60). Bu durum deney esnasında sürtünen yüzeyler arasında oluşan transfer filminin (yağlayıcı oksit tabakasının etkisi) uygun kalınlıkta istikrarlı bir şekilde oluşmaması ve zaman zaman yırtılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

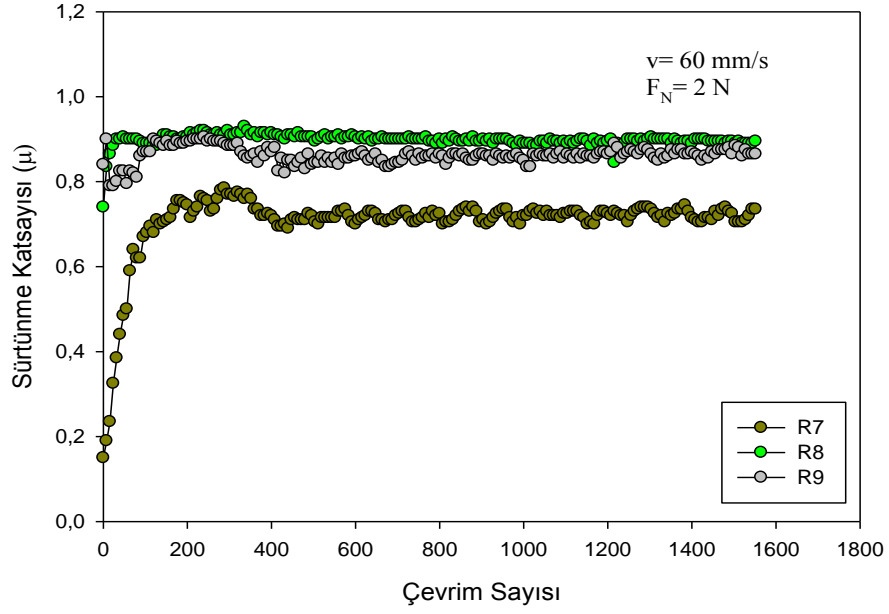
Tablo 18'den oda sıcaklığında yapılan aşınma deneylerinde elde edilen sürtünme katsayılarının 0,7 ile 0,9 değerleri arasında değiştiği gözlenmiştir. Oda sıcaklığında en yüksek sürtünme katsayısı değeri R8 kaplama parametreleriyle 0,89 olarak elde edilirken, en düşük sürtünme katsayısı değerinin R1, R4 ve R7 kaplama parametreleriyle üretilen numunelerden 0,70 olarak elde edilmiştir. Oda sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayılarının S/N oranları daha düşük daha iyi ölçütüne göre belirlenmiştir. Bu ölçüte göre elde edilen S/N grafiği Şekil 61'de verilmiştir. Oda sıcaklığındaki sürtünme katsayıları için her bir parametrenin S/N oranlarının ortalamaları ve delta istatistiği Tablo 19'da verilmiştir. Şekil 61 ve Tablo 19'dan oda sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayılarına en fazla etki eden parametrenin görev zamanı olduğu belirlenmiştir. En az etkili olan parametrenin ise çalışma basıncı olduğu tespit edilmiştir.



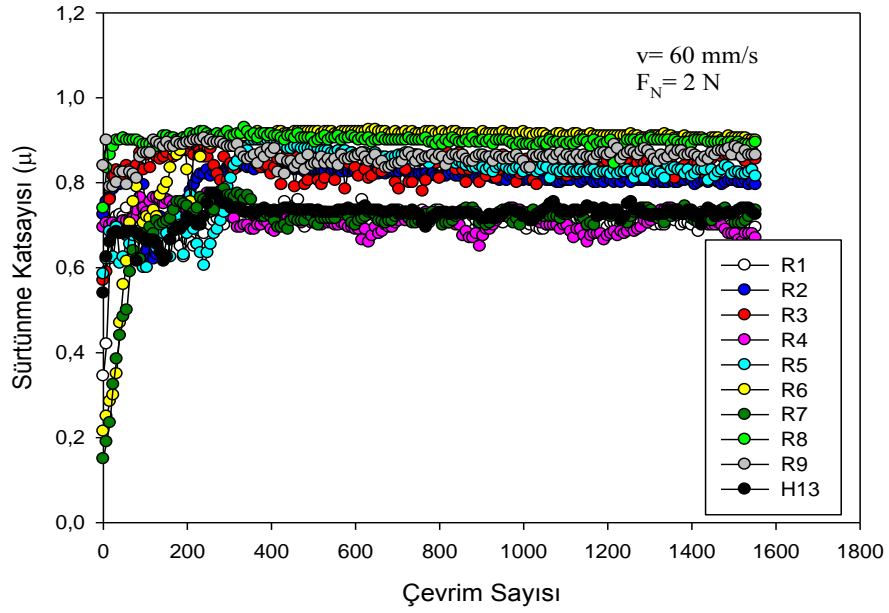
Şekil 57. Oda sıcaklığında R1, R2 ve R3 numunelerinin sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 58. Oda sıcaklığında R4, R5 ve R6 numunelerinin sürtünme katsayısı eğrileri



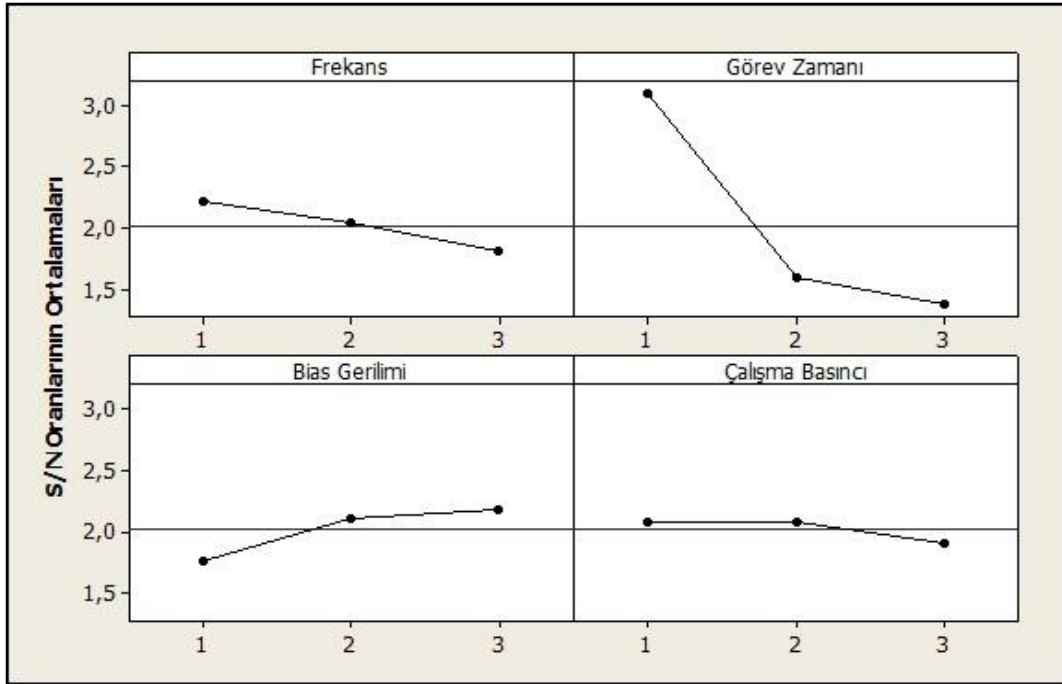
Şekil 59. Oda sıcaklığında R7, R8 ve R9 numunelerinin sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 60. Oda sıcaklığında bütün numunelerin sürtünme katsayısı eğrileri

Tablo 18. Oda sıcaklığında elde edilen ortalama sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerleri

| Kaplama Adı | Frekans (Hz) | Görev Zamanı (μ s) | Bias Gerilimi (V) | Çalışma Basıncı (Torr) | Sürtünme Katsayısı (μ) | Aşınma oranı (mm^3/Nm) |
|-------------|--------------|-------------------------|-------------------|------------------------|------------------------------|--|
| R1 | 100 | 0,5 | 50 | 2×10^{-3} | 0,70 | $1,07 \text{E}^{-04}$ |
| R2 | 100 | 1,5 | 75 | $2,5 \times 10^{-3}$ | 0,80 | $1,08 \text{E}^{-04}$ |
| R3 | 100 | 2,5 | 100 | 3×10^{-3} | 0,83 | $7,05 \text{E}^{-05}$ |
| R4 | 150 | 0,5 | 75 | 3×10^{-3} | 0,70 | $1,10 \text{E}^{-04}$ |
| R5 | 150 | 1,5 | 100 | 2×10^{-3} | 0,81 | $7,49 \text{E}^{-04}$ |
| R6 | 150 | 2,5 | 50 | $2,5 \times 10^{-3}$ | 0,87 | $5,36 \text{E}^{-04}$ |
| R7 | 200 | 0,5 | 100 | $2,5 \times 10^{-3}$ | 0,70 | $9,49 \text{E}^{-05}$ |
| R8 | 200 | 1,5 | 50 | 3×10^{-3} | 0,89 | $1,24 \text{E}^{-04}$ |
| R9 | 200 | 2,5 | 75 | 2×10^{-3} | 0,86 | $1,46 \text{E}^{-04}$ |
| H13 | | | | | 0,72 | $1,22 \text{E}^{-04}$ |



Şekil 61. Kaplama parametrelerinin oda sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin S/N oranlarına etkisi

Tablo 19. Oda sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

| Parametreler | Oda Sıcaklığı Sürtünme Katsayısı (μ) | | | Delta (Maks.-Min.) | Etki Derecesi |
|-------------------------|--|----------|----------|--------------------|---------------|
| | Seviye 1 | Seviye 2 | Seviye 3 | | |
| Frekans (Hz) | 2,218 | 2,046 | 1,807 | 0,411 | 2 |
| Görev Zamanı (μ s) | 3,098 | 1,594 | 1,379 | 1,719 | 1 |
| Bias Gerilimi (V) | 1,773 | 2,115 | 2,182 | 0,409 | 3 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 2,079 | 2,082 | 1,910 | 0,172 | 4 |

Oda sıcaklığında elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerleri için yapılan ANOVA analizi sonuçları Tablo 20’de verilmiştir. ANOVA analizine göre en etkin parametre olan görev zamanının oda sıcaklığında elde edilen ortalama sürtünme katsayılarına etki yüzdesi % 89,71 olarak hesaplanmıştır. Bias gerilimi ve darbe frekansının katkı yüzdeleri sırasıyla % 4,92 ve % 4,37 olarak hesaplanmıştır.

Tablo 20. Oda sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin ANOVA tablosu

| Değişimin Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kareler | F Değeri | P Değeri | Katkı Yüzdesi (%) |
|-------------------------|---------------------|-----------------|------------------|----------|----------|-------------------|
| Frekans (Hz) | 2 | 0,25620 | 0,12810 | 4,37 | 0,186 | 4,37 |
| Görev Zamanı (μ s) | 2 | 5,16318 | 2,63159 | 89,83 | 0,011 | 89,71 |
| Bias Gerilimi (V) | 2 | 0,28879 | 0,14439 | 4,93 | 0,169 | 4,92 |
| Kalıntı Hata | 2 | 0,05859 | 0,02930 | | | |
| Toplam | 8 | 5,86676 | | | | |

Oda sıcaklığında yapılan aşınma deneylerinde sabit darbe frekanslarında düşük görev zamanına sahip R1, R4 ve R7 kaplama şartlarında büyütülen numunelerde elde edilen sürtünme katsayıları düşük olurken, yüksek görev zamanına sahip R3 ve R6 kaplama

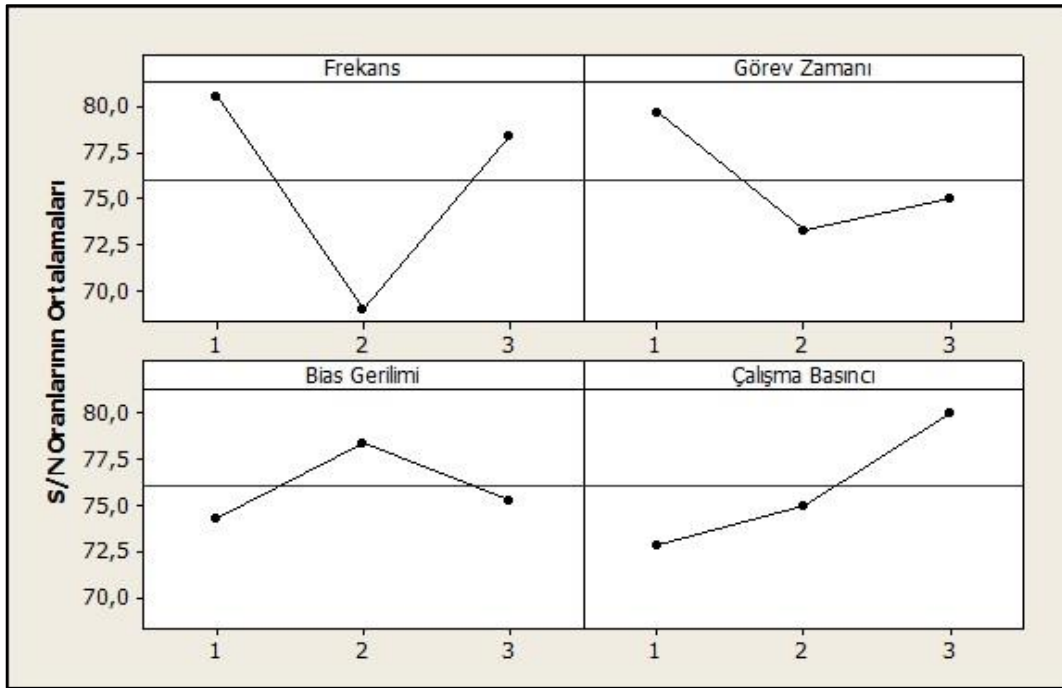
şartlarında büyütülen numunelerde ise (R9 hariç) yüksek sürtünme katsayısı değerleri elde edilmiştir (Tablo 18).

Uygulanan darbe frekansının 100 kHz olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numunelerinde görev zamanının, bias geriliminin ve çalışma basıncının sırasıyla 0,5µs, 50V ve 2×10^{-3} Torr değerlerinden 2,5µs, 100V ve 3×10^{-3} Torr değerlerine artırılmasıyla sürtünme katsayısı değerlerinin de arttığı görülmüştür. Elde edilen ortalama sürtünme katsayıları kullanılarak yapılan S/N analizi ve ANOVA analizi sonucunda en etkin parametre olarak belirlenen görev zamanı açısından elde edilen sonuçlar şöyle değerlendirilebilir: Artan görev zamanı sonucunda iyon çekiçleme etkisiyle birlikte kaplamaların yoğunluğunun artması ve tane boyutunun azalması ve sertliğin artmasıyla sürtünme katsayısı da artmıştır. Bu durum Lin ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada da aynı şekilde ifade edilmiştir [101]. Bias gerilimi açısından sonuçlar değerlendirildiğinde bias voltajındaki artışın aynı mekanizmayla düşüğe olsa sürtünme katsayısındaki artışa katkıda bulunduğu düşünülmektedir. Tillmann ve arkadaşlarının [49] yapmış oldukları çalışmada da bias gerilimin artması, sertlik ve kalıntı gerilmelerinin artmasına neden olup kaplama içerisinde mikro çatlaklar oluşturup sürtünme katsayısını arttığı rapor edilmiştir. Pfeiler ve arkadaşları da [153] çalışmalarında elde ettikleri sürtünme katsayısındaki artışın bias gerilimindeki artışa bağlı olduğunu ifade etmiştir. Darbe frekansın 150 kHz olarak sabit tutulduğu R4, R5 ve R6 numunelerinde de yukarıda ifade edilen durumun aynı şekilde etkin olduğu düşünülmüştür. İstatistiki incelemelere uygun olarak görev zamanının artmasıyla sürtünme katsayısı da artmıştır. Frekansın 200 kHz olarak sabit tutulduğu R7 ve R8 numunelerinde ise görev zamanının 0,5 µs'den 1,5 µs'ye arttığında sürtünme katsayısının da arttığı gözlemlenirken görev zamanının 2,5 µs'ye arttırıldığı R9 numunesinde sürtünme katsayısının hafif bir şekilde azaldığı gözlemlenmiştir. R9 numunesinin sürtünme katsayısındaki hafif düşüşün nedeni olarak yüksek darbe frekansında ve yüksek görev zamanında kaplama tabakasının yüksek enerjili iyonlarla bombardımanı sonucunda kaplamada meydana gelebilecek bir gerilme rahatlamasından kaynaklandığı düşünülebilir.

Kaplamalara uygulanan aşındırma deneylerinden elde edilen aşınma miktarları optik profilometre ile ölçülen aşınma hacimleri yardımıyla Formül 1 kullanılarak hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlar Tablo 18'de verilmiştir. Tablo 18'e bakıldığında en yüksek aşınma oranı en düşük sertliğe, elastik modüle ve adezyon dayanımına sahip R5 kaplama şartlarıyla üretilen numuneden $7,49 \times 10^{-04}$ mm³/Nm olarak elde edildiği görülürken, en düşük aşınma

oranı ise en yüksek sertliğe, elastik modüle ve adezyon direncine sahip R3 kaplama parametreleriyle üretilen numunede $7,05 \times 10^{-05} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ olarak belirlenmiştir.

Oda sıcaklığında yapılan aşınma deneylerinden elde edilen aşınma oranının S/N oranları daha düşük daha iyi ölçütüne göre hesaplanmıştır. Elde edilen S/N grafiği Şekil 62’de verilmiştir. Her bir parametrenin S/N oranlarının ortalamaları Tablo 21’de verilmiştir. Şekil 62 ve Tablo 21’den kaplamaların oda sıcaklığında göstermiş oldukları aşınma oranı performanslarına en fazla etki eden parametrenin frekans olduğu belirlenirken, en az etki eden parametrenin ise bias gerilimi olduğu belirlenmiştir.



Şekil 62. Kaplama parametrelerinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma oranı değerlerine etkisi

Tablo 21. Oda sıcaklığında elde edilen aşınma oranı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

| Parametreler | Oda Sıcaklığında Aşınma oranı (mm ³ /Nm) | | | Delta (Maks.-Min.) | Etki Derecesi |
|------------------------|--|----------|----------|-----------------------|------------------|
| | Seviye 1 | Seviye 2 | Seviye 3 | | |
| Frekans (Hz) | 80,89 | 69,03 | 78,43 | 11,56 | 1 |
| Görev Zamanı (μs) | 79,68 | 73,32 | 75,06 | 6,36 | 3 |
| Bias Gerilimi (V) | 74,32 | 78,41 | 75,33 | 4,09 | 4 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 72,88 | 75,07 | 80,11 | 7,23 | 2 |

Yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 22’de verilmiştir. ANOVA analizine göre en etkin parametre olan frekansın elde edilen ortalama aşınma oranına katkısı %56,50 olarak hesaplanmıştır. Çalışma basıncı ve görev zamanının katkı yüzdeleri ise sırasıyla % 20,59 ve % 16,14 olarak elde edilmiştir (Tablo 22).

Tablo 22. Oda sıcaklığındaki aşınma oranı değerlerinin ANOVA tablosu

| Değişimin Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kareler | F Değeri | P Değeri | Katkı Yüzdesi (%) |
|------------------------|---------------------|-----------------|------------------|----------|----------|-------------------|
| Frekans (Hz) | 2 | 226,67 | 113,33 | 8,35 | 0,107 | 56,50 |
| Görev Zamanı (μs) | 2 | 64,77 | 32,38 | 2,39 | 0,295 | 16,14 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 2 | 82,59 | 41,30 | 3,04 | 0,247 | 20,59 |
| Kalıntı Hata | 2 | 27,15 | 13,58 | | | |
| Toplam | 8 | 401,18 | | | | |

Adezyon dayanımının kaplamaların aşınma dirençlerine dikkate değer bir şekilde etki ettiği pek çok çalışmada rapor edilmiştir [154-157]. Numunelerin adezyon dirençlerini gösteren L_{c2} kritik yük değerlerinin verildiği Tablo 15 ve aşınma oranı değerlerinin verildiği Tablo 18 beraber incelendiğinde genel olarak adezyon dayanımı yüksek olan numunelerin aşınma dayanımlarının da yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum adezyon dayanımı

değerinin kaplamaların aşınma oranı üzerindeki bariz etkisini ortaya koymaktadır. En yüksek adezyon değerine (68 N) sahip olan R3 numunesi en düşük aşınma oranına sahip olurken, en düşük adezyon değerine (20 N) sahip olan R5 numunesi en yüksek aşınma oranı davranışı göstermiştir. Ayrıca malzemelerin plastik deformasyona karşı dirençlerini ifade eden H^3/E^2 oranı, en yüksek adezyon değerine sahip olan R3 numunesinde, en yüksek (0,2) değerinde elde edilirken, en düşük adezyon değerine sahip olan R5 numunesinde H^3/E^2 oranı en düşük (0,02) değerinde elde edilmiştir.

Uygulanan darbe frekansın 100 kHz olarak sabit tutulduğu R1, R2 ve R3 numunelerinde en düşük aşınma oranı R3 kaplama şartlarıyla üretilen numunede elde edilirken, en yüksek aşınma oranı R2 numunesinde elde edilmiştir. Artan bias voltajı ve görev zamanıyla birlikte taban malzemeye yönelen sıçratılmış atomlar daha yüksek enerjiye sahip olarak büyüyen filmin daha yoğun ve kompakt bir yapıya sahip olmasını sağlayarak aşınma dayanımını iyileştirdiği düşünülmektedir. Ayrıca en düşük aşınma oranı elde edilen R3 numunesinin en yüksek adezyon, nanosertlik, elastik modül ve H^3/E^2 (0,20) değerine sahip olduğu görülmektedir.

Uygulanan darbe frekansının 150 kHz olduğu R4, R5 ve R6 numunelerine bakıldığında oda sıcaklığında en düşük aşınma oranının $1,10 \times 10^{-4}$ mm³/Nm olarak en yüksek H^3/E^2 (0,18) oranına sahip R4 numunesinde elde edildiği görülmüştür. En yüksek aşınma oranı ise $7,49 \times 10^{-4}$ mm³/Nm olarak en düşük nanosertlik, elastik modül, H^3/E^2 (0,02) oranı ve adezyon dayanımına sahip olan R5 numunesinde elde edilmiştir. Bu sonuçlarda da adezyon, sertlik ve elastik modül değerinin aşınma dayanımına etkisi bariz bir şekilde ortaya çıkmaktadır.

Uygulanan darbe frekansın 200 kHz olduğu R7, R8 ve R9 numuneleri incelendiğinde özellikle R7 ve R8'in nanosertlik, elastik modülü ve H^3/E^2 değeri bir birine çok yakın elde edilmiştir. Bu nedenle bu parametrelerin aşınma sonucu üzerine önemli bir etkiye sahip olduğu düşünülmemektedir. Ancak bu numunelerde adezyon dayanımının sonuçlar üzerine etkisi bariz bir şekilde görülmüştür. En düşük aşınma oranı, en yüksek adezyon dayanımına sahip R7 numunesinde elde edilmiştir. En yüksek aşınma oranı ise en düşük adezyon dayanımına sahip R9 numunesinde elde edilmiştir.

Kaplamaların oda sıcaklığında gerçekleştirilen sürtünme-aşınma deneylerinden elde edilen numune yüzeylerindeki aşınma izlerinin optik profilometre kullanılarak elde edilen topoğrafik fotoğrafları Şekil 63-71, aşınma yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu fotoğrafları ise Şekil 72-80 arasında verilmiştir.

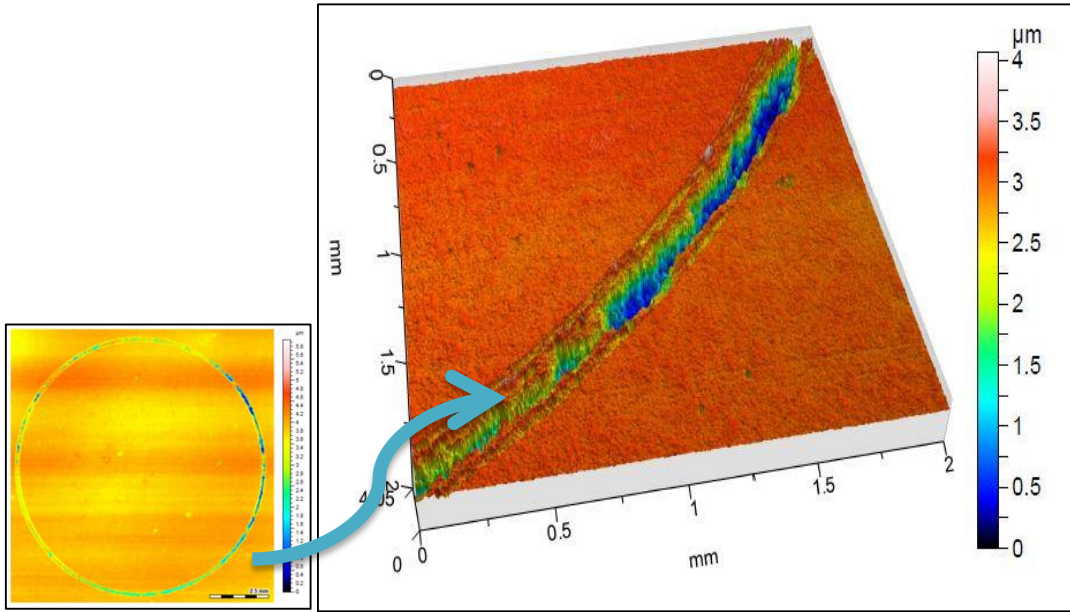
Darbe frekansının 100 kHz olduğu R1 numunesinin Şekil 63'deki optik profilometre fotoğrafın da görüldüğü üzere aşınma mekanizmasının abrazif çiziklerin baskın olduğu ve aynı zamanda adezif kopmalarında meydana geldiği görülmüştür. Aynı numunenin Şekil 72'de verilen SEM fotoğrafında kaplamanın küçük pullar halinde taban malzemedenden soyulduğu görülmüştür. R2 numunesinin Şekil 64'te verilen optik profilometre fotoğrafına bakıldığında aşınma mekanizmasının abrazif olduğu görülmüştür. Şekil 73'ten aynı numunenin SEM fotoğrafı incelendiğinde aşınma parçacıklarının aşınma yolu içerisinde birikerek üçüncü cisim etkisine neden olduğu düşünülmüştür. R3 numunesinin Şekil 65'te verilen optik profilometre fotoğrafına ve Şekil 74'te verilen SEM fotoğrafına bakıldığında abrazif aşınma mekanizmasının daha düşük seviyede etkin olduğu, aşınma izi yolunun genişliğinin daha düşük olduğu görülmüştür. Bu davranış bu numunenin yüksek sertlik, elastik modül ve adezyon dayanımına sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmüştür.

Darbe frekansının 150 kHz olduğu R4 numunesinin Şekil 66'daki optik profilometre ve Şekil 75'deki SEM fotoğrafları incelendiğinde abrazif aşınma mekanizmasının etkin olduğu görülmüştür. R5 numunesinin Şekil 67'de verilen optik profilometre ve Şekil 76 da verilen SEM fotoğrafları incelendiğinde abrazif etkinin baskın olduğu ve kaplamanın büyük oranda taban malzemedenden soyulduğu görülmüştür. Bu durum R5 numunesinin sertlik, elastik modül ve adezyon dayanımının düşük olmasıyla ilişkilendirilmiştir. R6 numunesinin Şekil 68'de verilen optik profilometre fotoğrafına ve Şekil 77'de verilen SEM fotoğrafına bakıldığında yine abrazif aşınma mekanizmasının etkin olduğu görülmüştür.

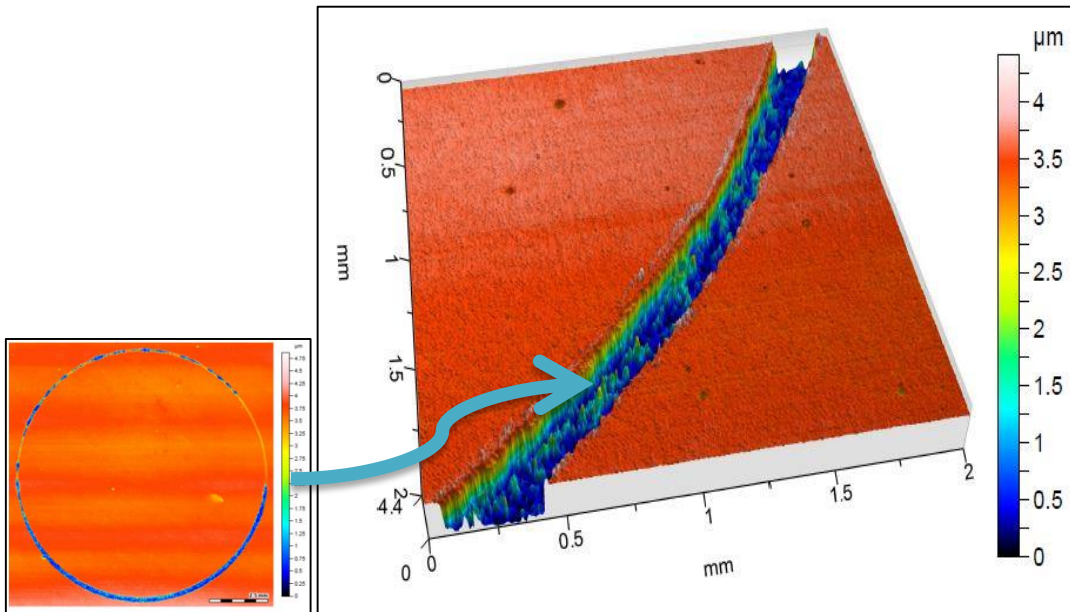
Darbe frekansının 200 kHz olduğu R7 numunesinin Şekil 69'daki optik profilometre fotoğrafı ve Şekil 78'deki SEM fotoğrafı incelendiğinde aşınma mekanizmasının abrazif karakterde olduğu görülmüştür. R8 numunesinin Şekil 70'de verilen optik profilometre fotoğrafı ve Şekil 79'da verilen SEM fotoğrafı incelendiğinde abrazif etkinin arttığı görülmüştür. R9 numunesinin Şekil 71'de verilen optik profilometre fotoğrafı ve Şekil 80'de verilen SEM fotoğrafı incelendiğinde abrazif çiziklerin belirgin olduğu görülmüştür.

Genel olarak numuneler değerlendirildiğinde; düşük darbe frekansına sahip R1, R2, R3 numunelerinde abrazif aşınma mekanizmasının etkisinin düşük olduğu, orta darbe frekansına sahip R4, R5 ve R6 numunelerinde ise abrazif etkinin çok yüksek olduğu görülmüştür. R1 ve R9 numunelerinde aşınma parçalarının pul (spall) şeklinde oluştuğu görülmektedir (Şekil 72 ve 79). R9 (Şekil 79) numunesinde görülen pullanma belirtileri yoğun miktarda büyük parçalar halinde gözlenirken, R1 (Şekil 72) numunesinde daha az miktarda pullanma ve daha küçük parçalar halinde gözlenmiştir. TiAlCrN ve TiAlN/CrN

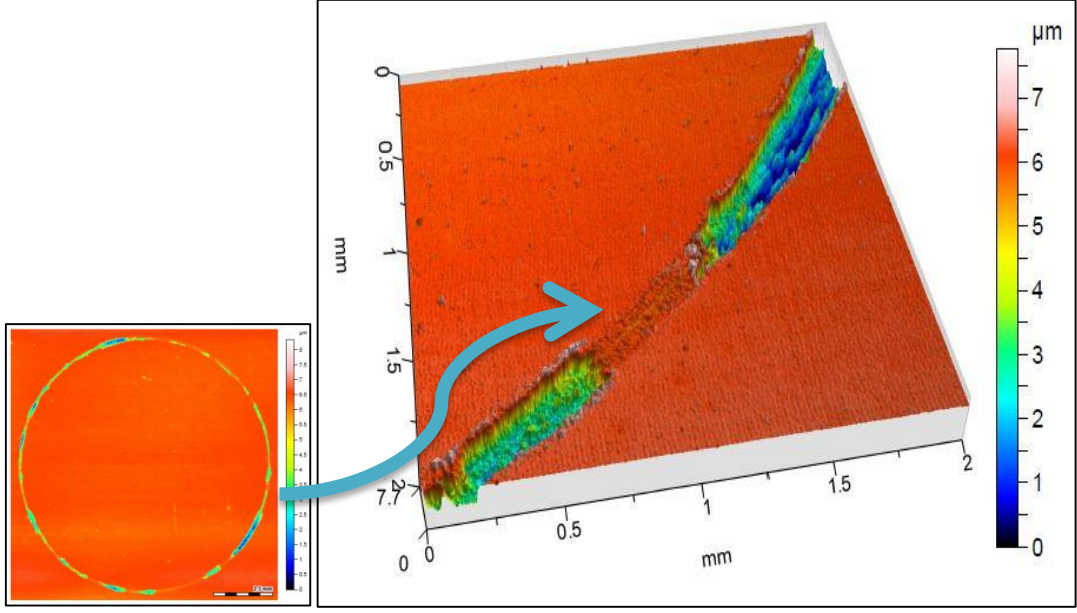
kaplamaların aşınma mekanizmalarını inceleyen Luo ve arkadaşları aynı pullanma aşınmalarını kendi çalışmalarında rapor etmişlerdir [158]. Şekil 73 ve 77'dan R2 ve R6 numunesinde aşınma parçacıklarının çok küçük boyutta olup aşınma yolu içerisinde biriktiği ve bu aşınma parçacıklarının üçüncü cisim etkisine neden olduğu düşünülmüştür.



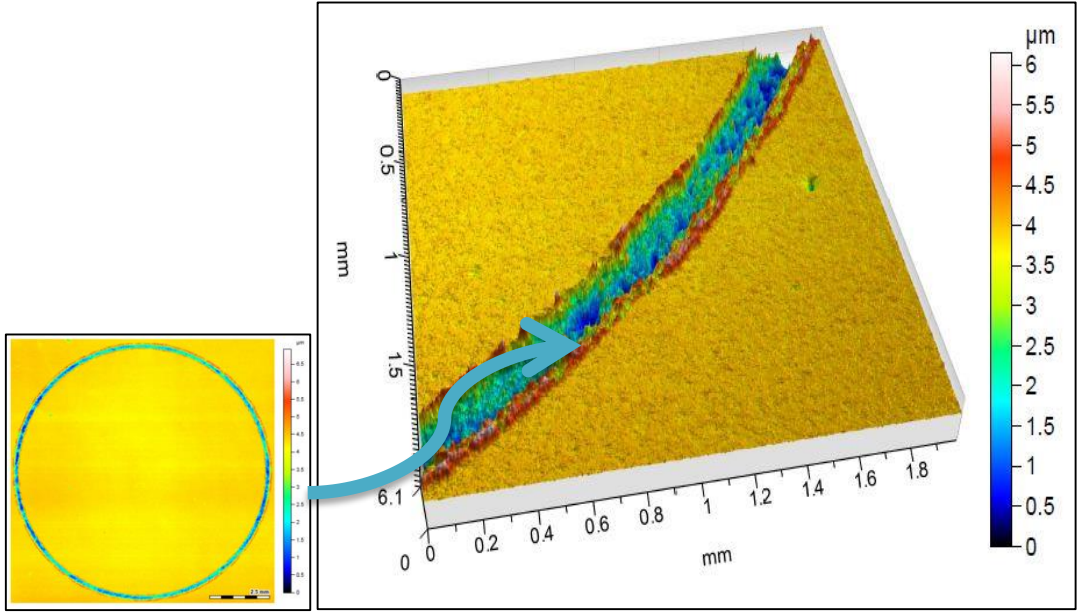
Şekil 63. R1 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



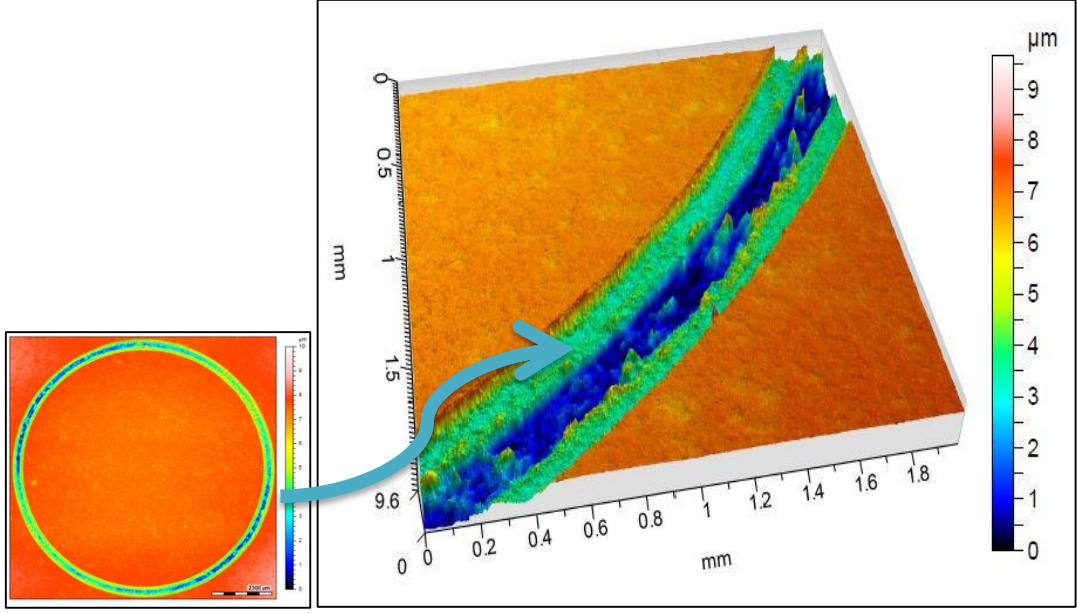
Şekil 64. R2 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



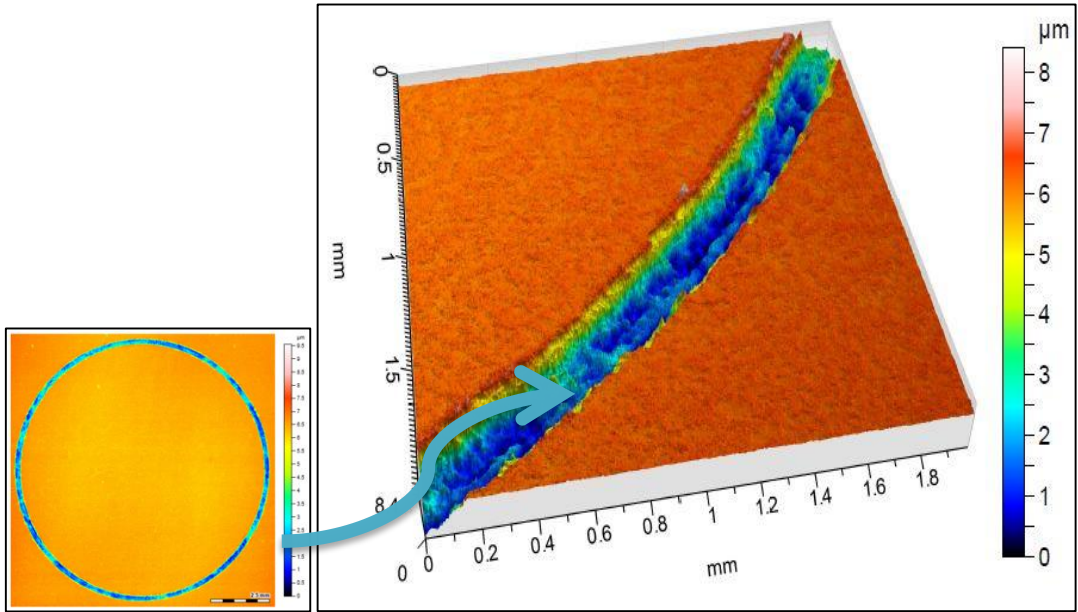
Şekil 65. R3 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



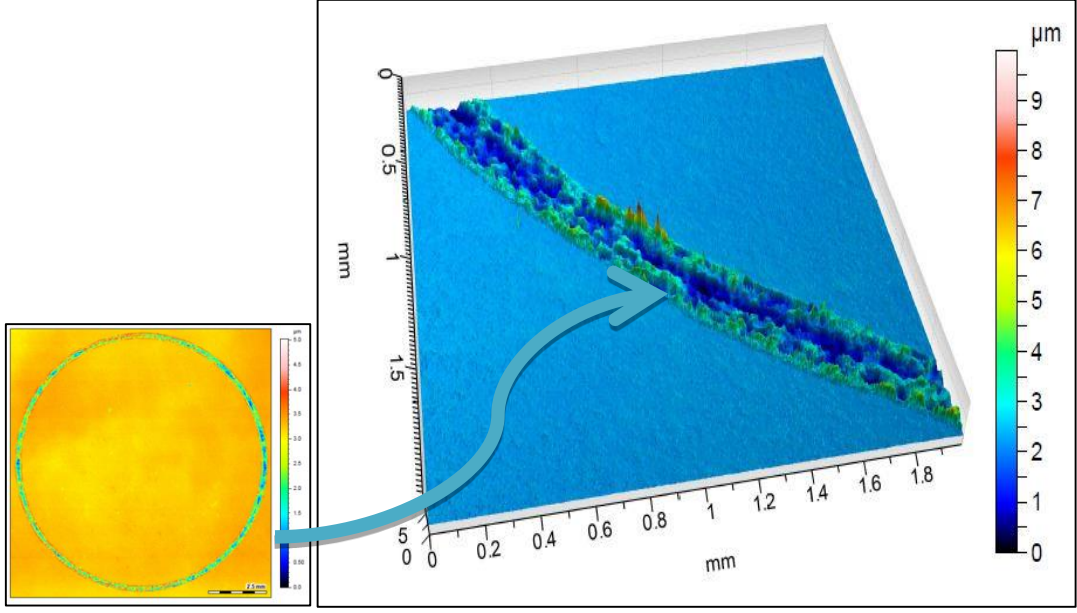
Şekil 66. R4 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



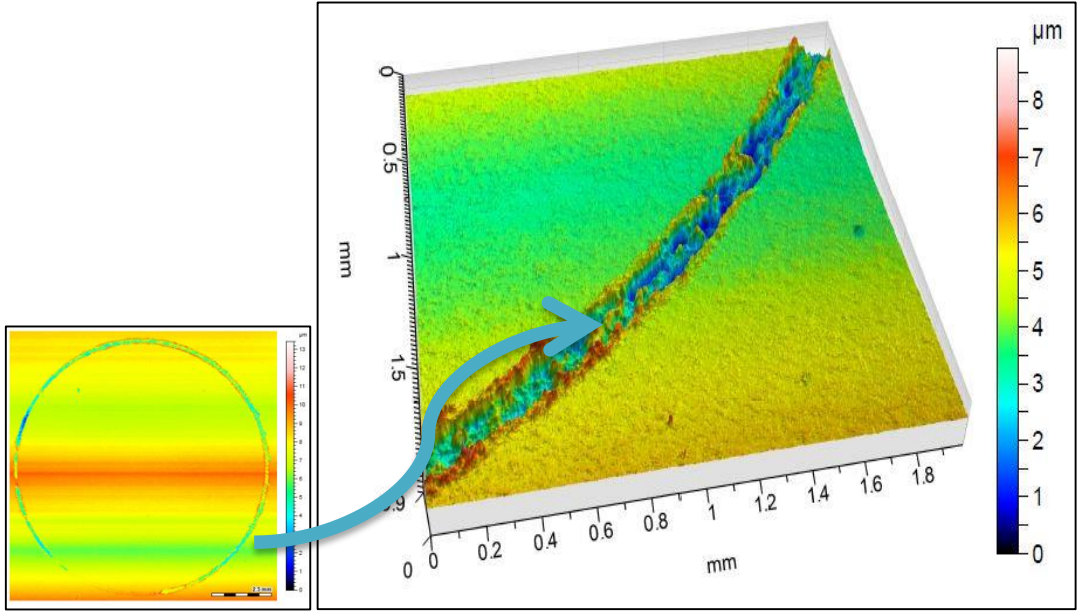
Şekil 67. R5 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



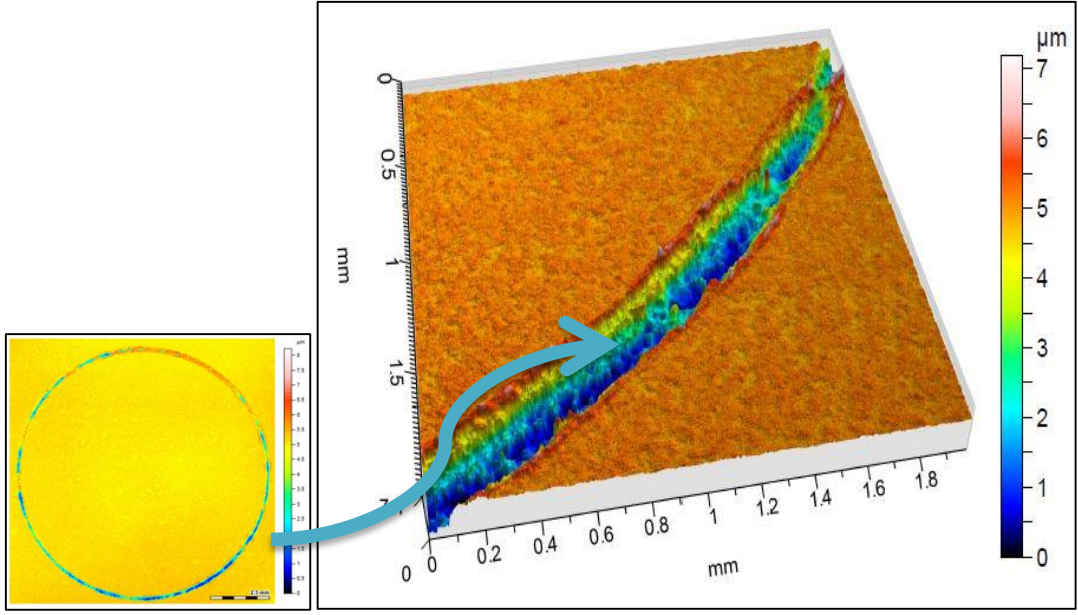
Şekil 68. R6 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



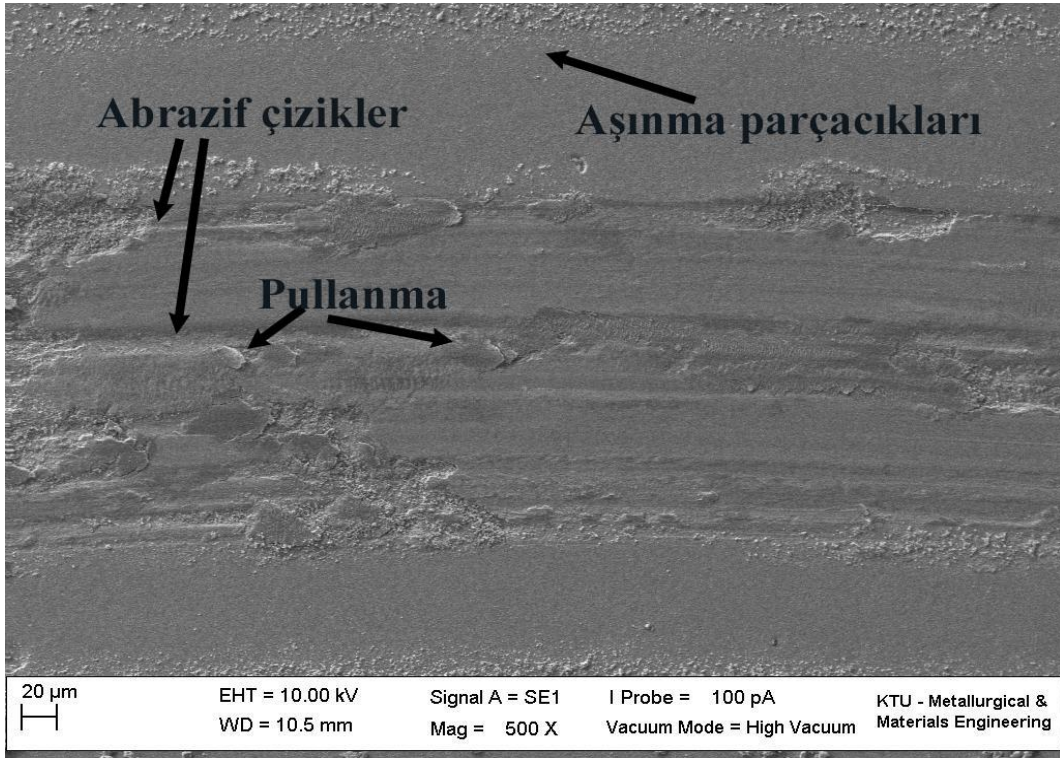
Şekil 69. R7 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



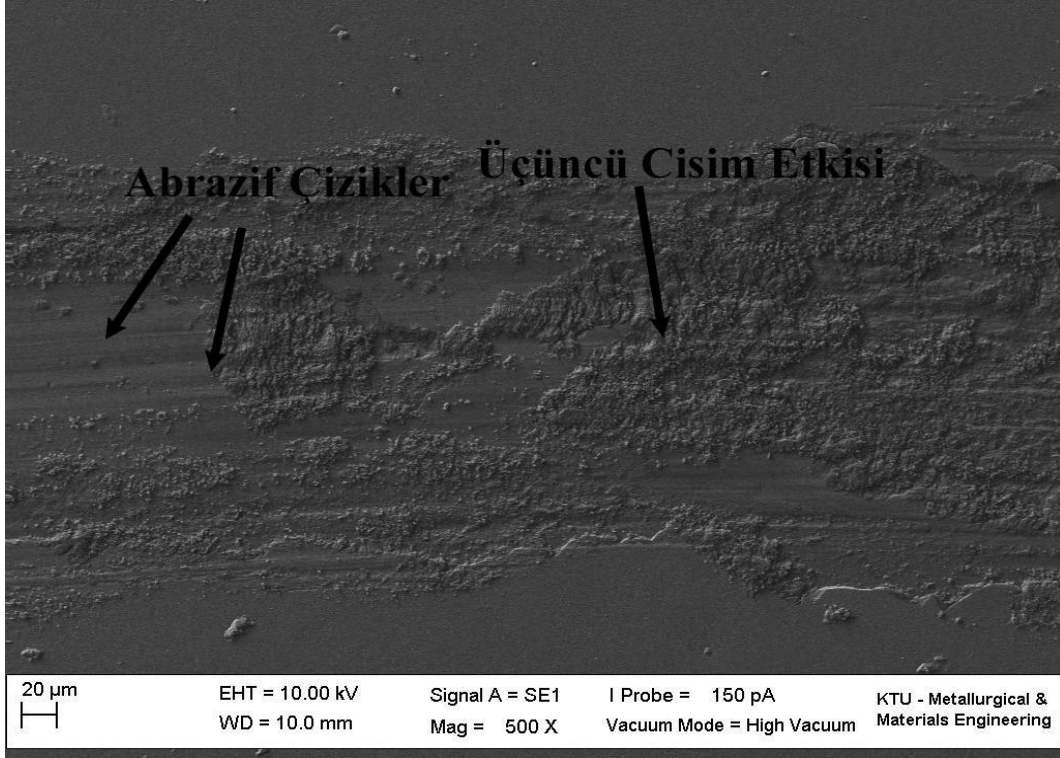
Şekil 70. R8 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



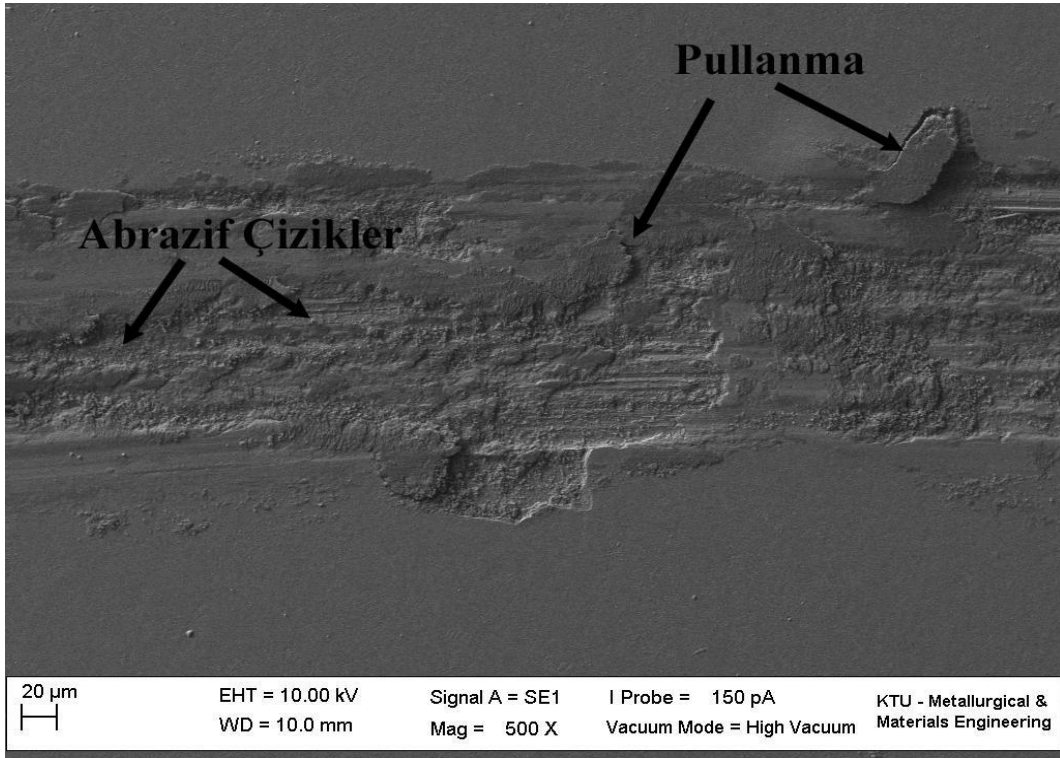
Şekil 71. R9 numunesinin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



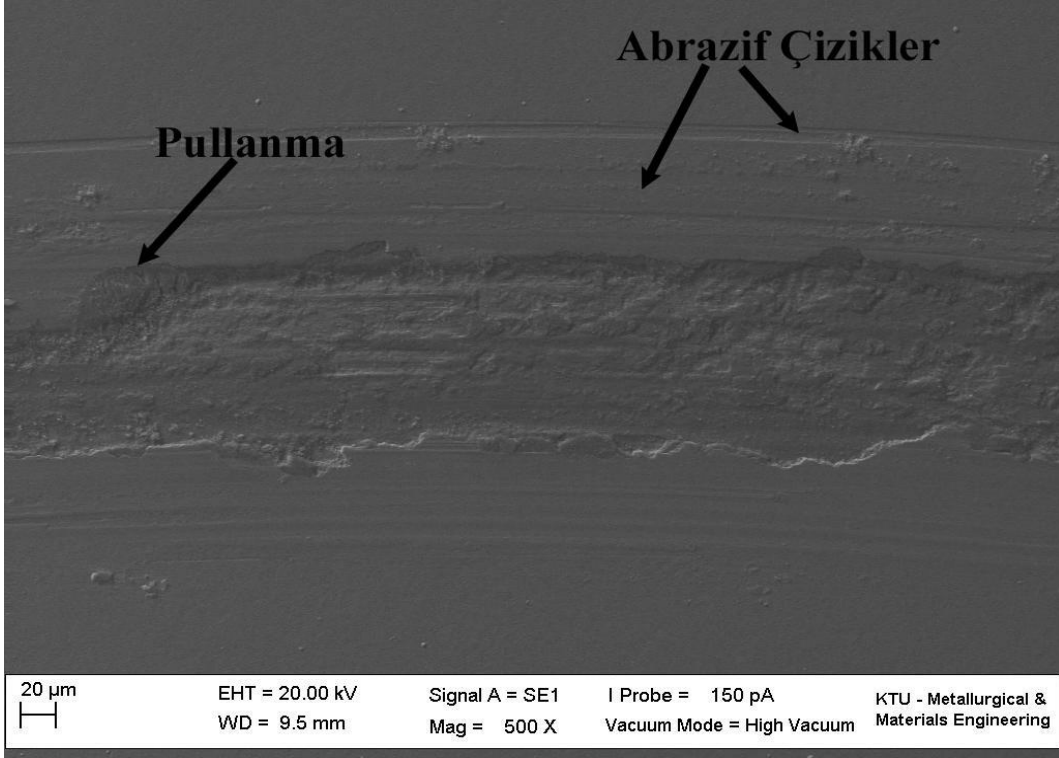
Şekil 72. R1 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı



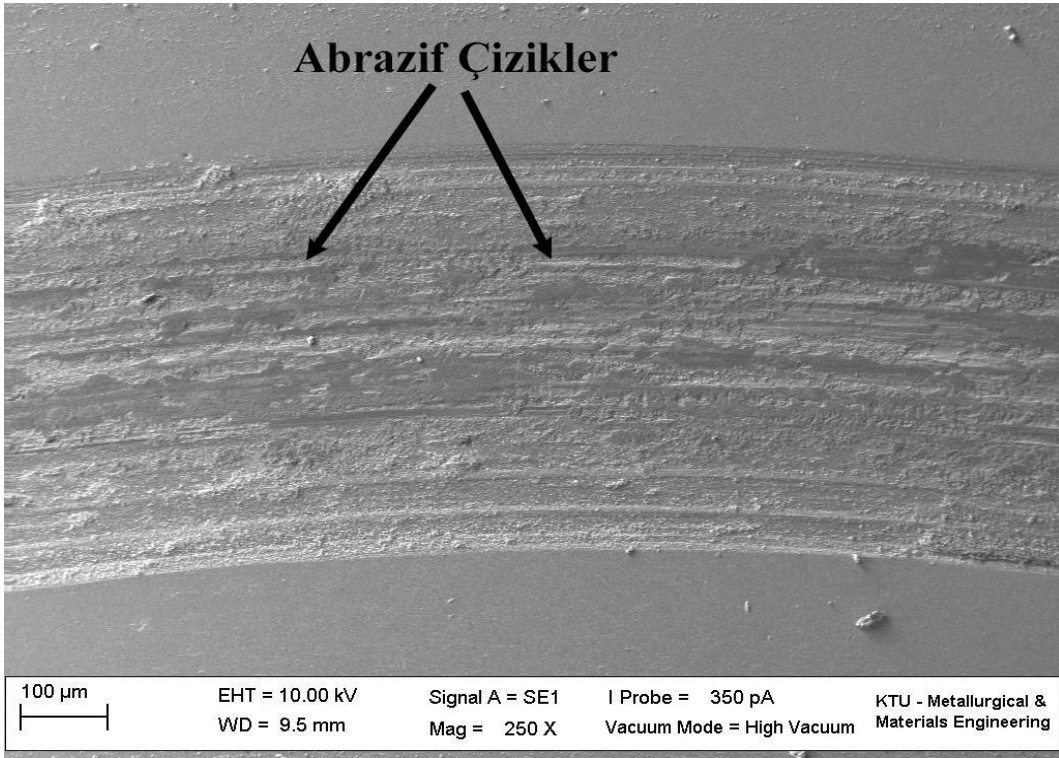
Şekil 73. R2 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı



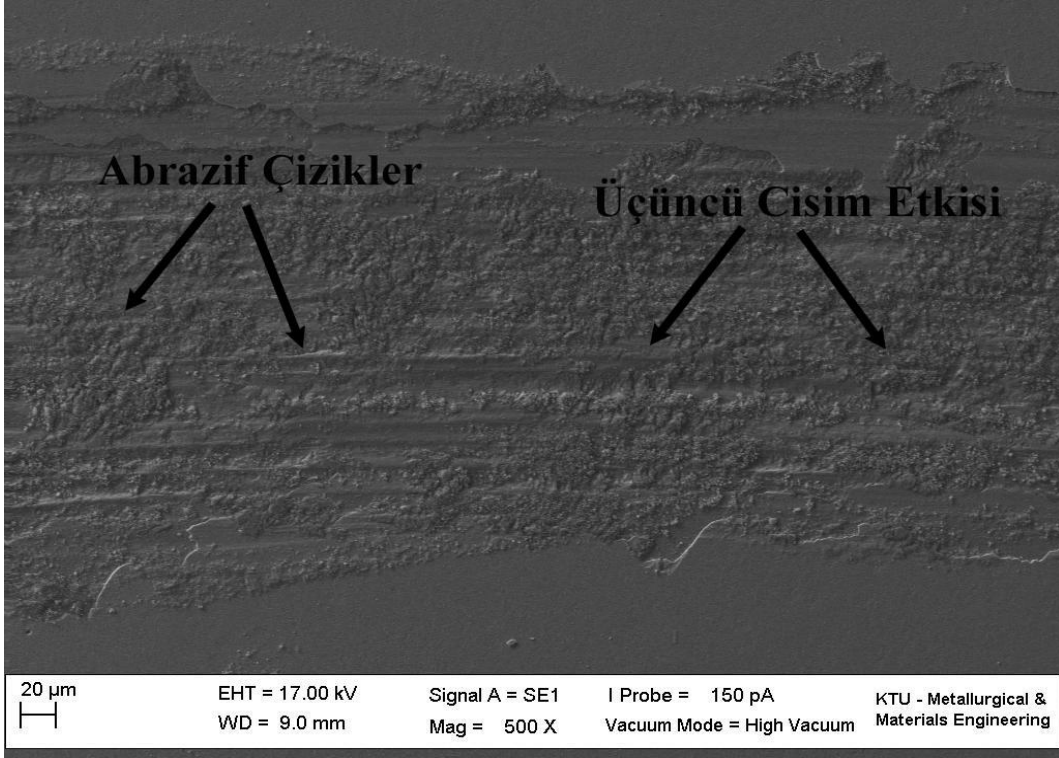
Şekil 74. R3 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı



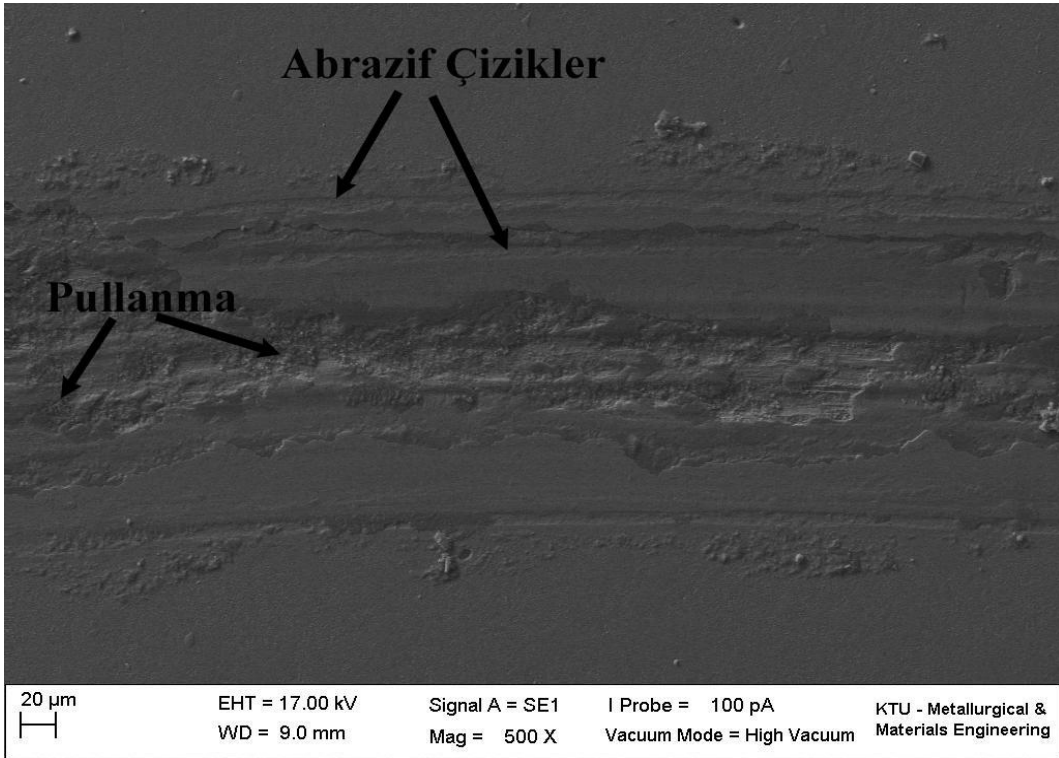
Şekil 75. R4 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı



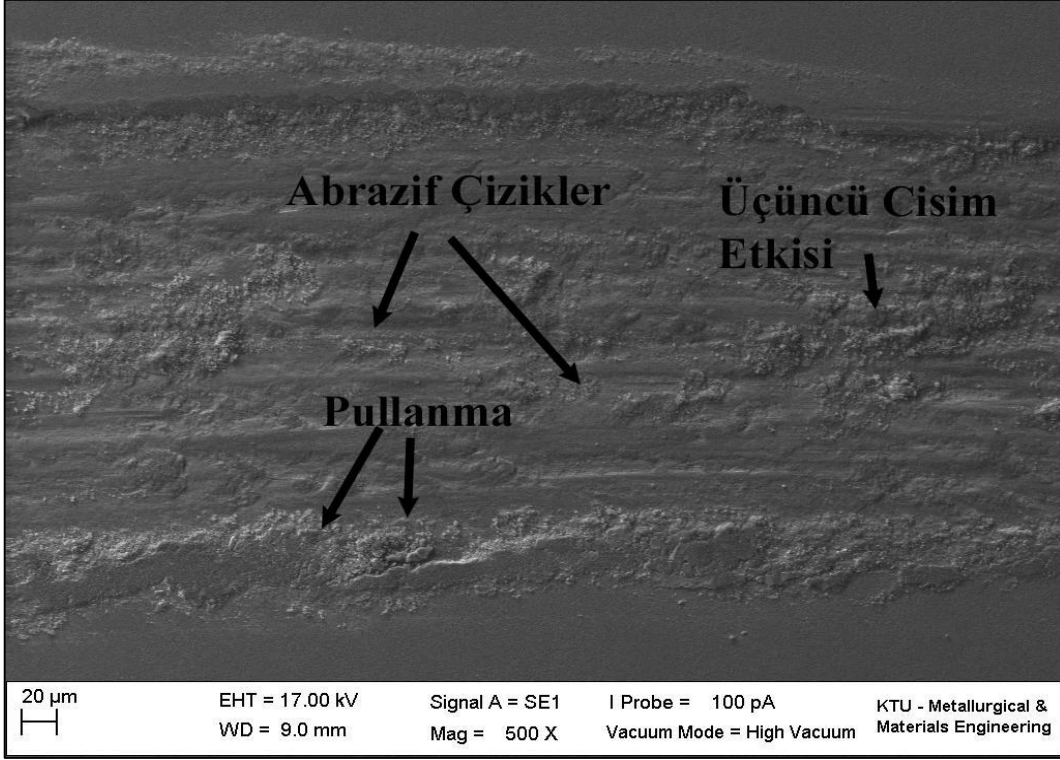
Şekil 76. R5 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı



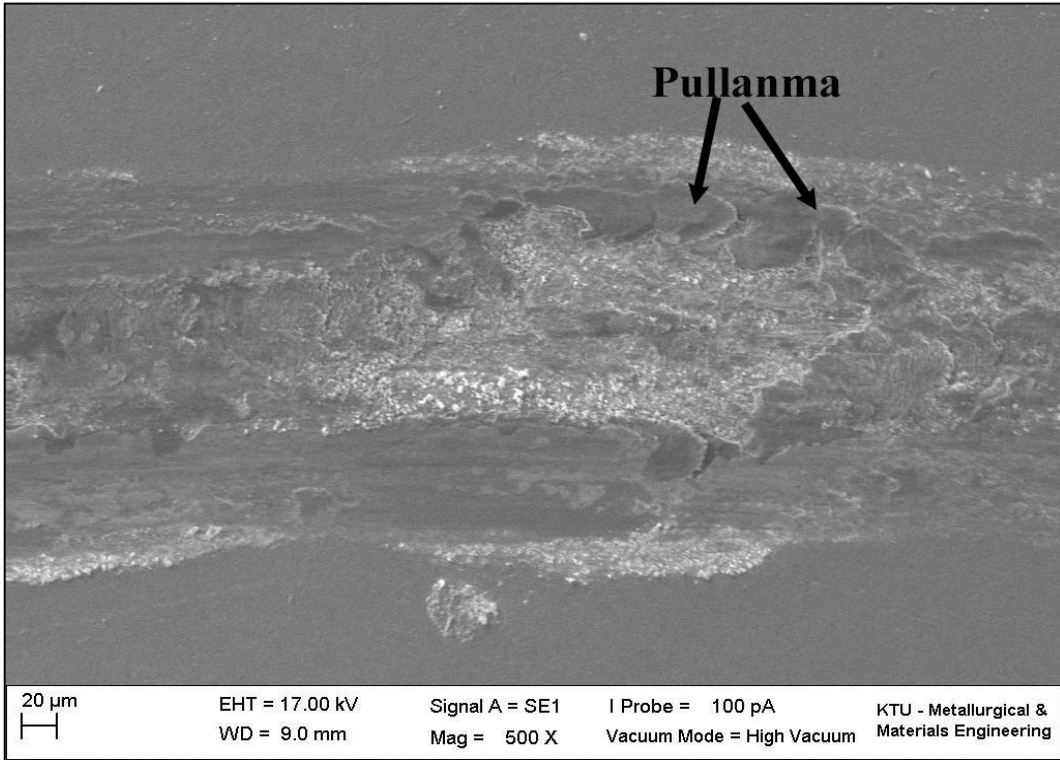
Şekil 77. R6 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı



Şekil 78. R7 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı

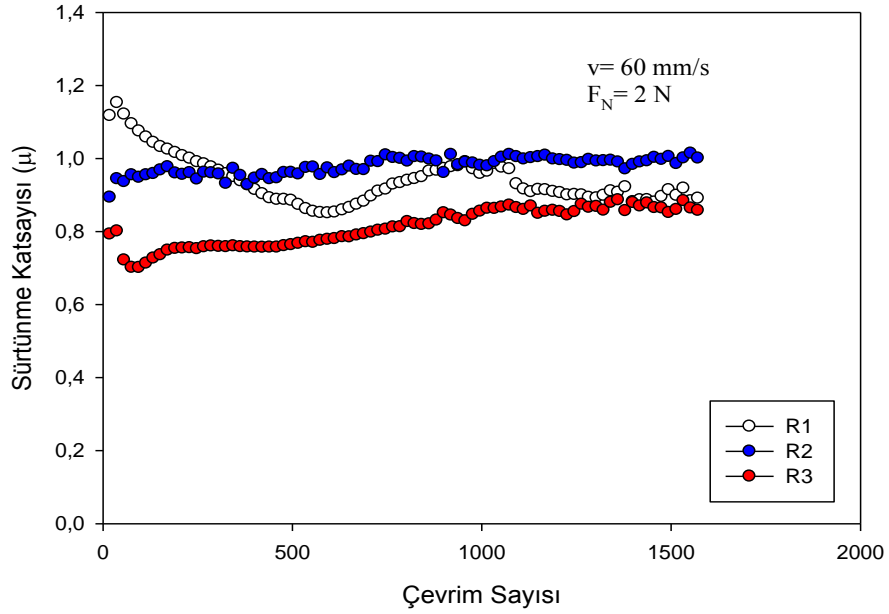


Şekil 79. R8 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı

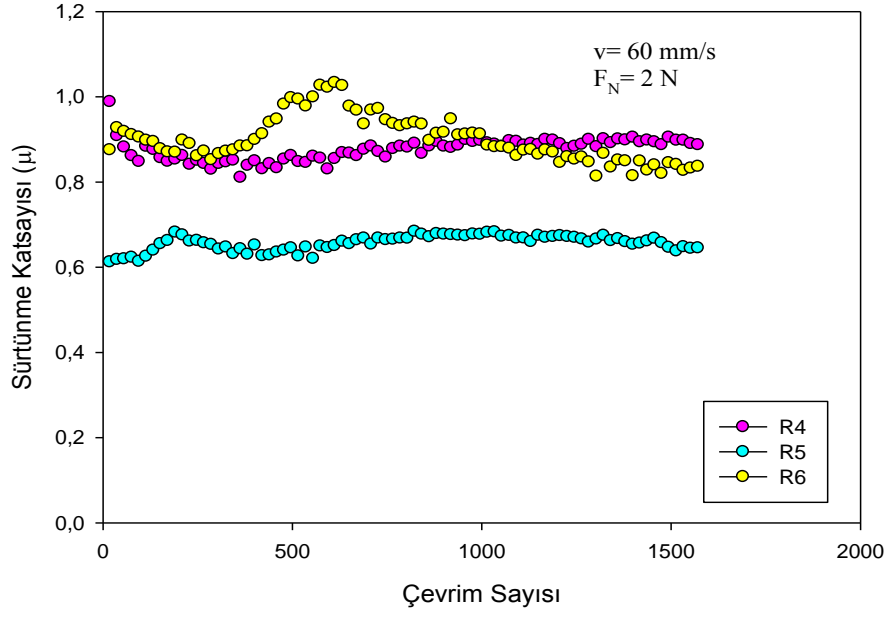


Şekil 80. R9 numunenin oda sıcaklığında elde edilen aşınma yüzeyi SEM fotoğrafı

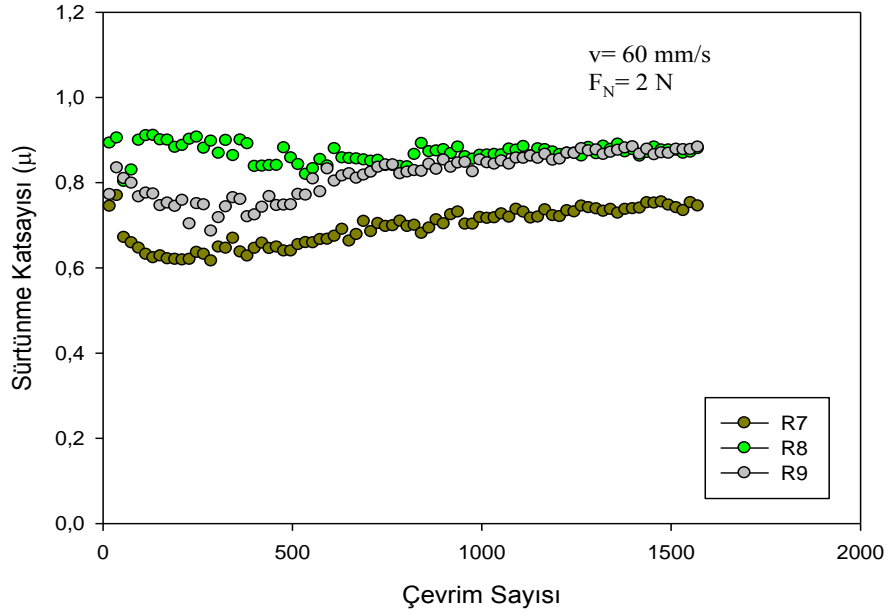
450°C sıcaklıkta yapılan sürtünme ve aşınma deneyleri sonucunda elde edilen sürtünme katsayılarını gösteren grafikler Şekil 81-84'de, ortalama sürtünme katsayısı değerleri ise toplu olarak Tablo 23'te verilmiştir. Tablo 23'ten 450°C sıcaklık ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerlerinin 0,60-0,98 arasında değişmekte olduğu görülmektedir. 450°C sıcaklıkta yapılan deneylerde en yüksek sürtünme katsayısı değeri R2 kaplama parametreleriyle üretilen numuneden 0,98 olarak elde edilirken, en düşük sürtünme katsayısı değeri R5 kaplama parametreleriyle üretilen numuneden 0,66 olarak elde edilmiştir. 450°C sıcaklıkta yapılan deneylerden elde edilen ortalama sürtünme katsayılarının S/N oranları daha düşük daha iyi ölçütüne göre hesaplanmıştır. Elde edilen grafik Şekil 85'te verilmiştir.



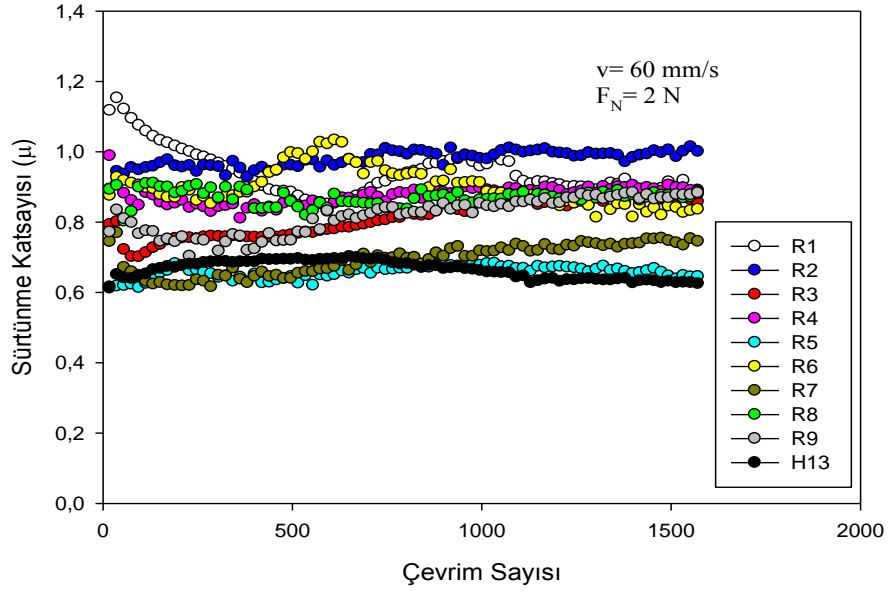
Şekil 81. 450° C sıcaklık ortamında R1, R2 ve R3 numunelerinden elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 82. 450° C sıcaklık ortamında R4, R5 ve R6 numunelerinden elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



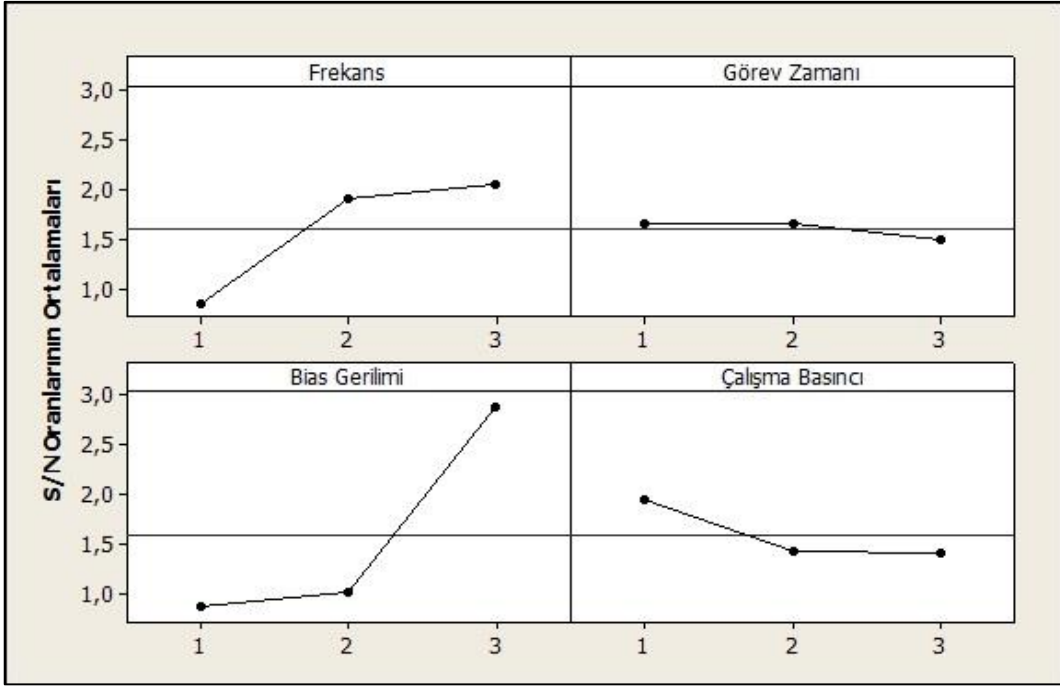
Şekil 83. 450° C sıcaklık ortamında R7, R8 ve R9 numunelerinden elde edilen sürtünme katsayısı eğrileri



Şekil 84. Bütün numunelerin 450°C gerçekleştirilen sürtünme ve aşınma deneylerinden elde edilen sürtünme katsayısı grafiği

Tablo 23. 450°C ortam sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerleri

| Kaplama Adı | Frekans (Hz) | Görev Zamanı (μs) | Bias Gerilimi (V) | Çalışma Basıncı (Torr) | Sürtünme Katsayısı (μ) | Aşınma oranı (mm ³ /Nm) |
|-------------|--------------|-------------------|-------------------|------------------------|------------------------|------------------------------------|
| R1 | 100 | 0,5 | 50 | 2x10 ⁻³ | 0,94 | 1,46E ⁻⁰⁵ |
| R2 | 100 | 1,5 | 75 | 2,5x10 ⁻³ | 0,98 | 2,36E ⁻⁰⁵ |
| R3 | 100 | 2,5 | 100 | 3x10 ⁻³ | 0,81 | 1,63E ⁻⁰⁵ |
| R4 | 150 | 0,5 | 75 | 3x10 ⁻³ | 0,87 | 1,21E ⁻⁰⁴ |
| R5 | 150 | 1,5 | 100 | 2x10 ⁻³ | 0,66 | 6,03E ⁻⁰⁴ |
| R6 | 150 | 2,5 | 50 | 2,5x10 ⁻³ | 0,90 | 6,23E ⁻⁰⁵ |
| R7 | 200 | 0,5 | 100 | 2,5x10 ⁻³ | 0,69 | 1,03E ⁻⁰⁴ |
| R8 | 200 | 1,5 | 50 | 3x10 ⁻³ | 0,87 | 1,53E ⁻⁰⁴ |
| R9 | 200 | 2,5 | 75 | 2x10 ⁻³ | 0,82 | 9,41E ⁻⁰⁵ |
| H13 | | | | | 0,66 | 1,05E ⁻⁰⁴ |



Şekil 85. Kaplama parametrelerinin 450°C ortam sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etkisi

Tablo 24. 450°C ortam sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

| Parametreler | 450°C Ortam Sıcaklığı Sürtünme Katsayısı (μ) | | | Delta (Maks.-Min.) | Etki Derecesi |
|-------------------------|--|----------|----------|-----------------------|------------------|
| | Seviye 1 | Seviye 2 | Seviye 3 | | |
| Frekans (Hz) | 0,8477 | 1,9113 | 2,0521 | 1,2044 | 2 |
| Görev Zamanı (μ s) | 1,6567 | 1,6647 | 1,1897 | 0,1750 | 4 |
| Bias Gerilimi (V) | 0,8874 | 1,0363 | 2,8875 | 2,0001 | 1 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 1,9568 | 1,4379 | 1,4165 | 0,5403 | 3 |

Şekil 85 ve Tablo 24'ten 450°C ortam sıcaklığında elde edilen ortalama sürtünme katsayılarına en fazla etki eden parametrenin bias gerilimi olduğu belirlenirken, en az etkili parametrenin ise görev zamanı olduğu belirlenmiştir.

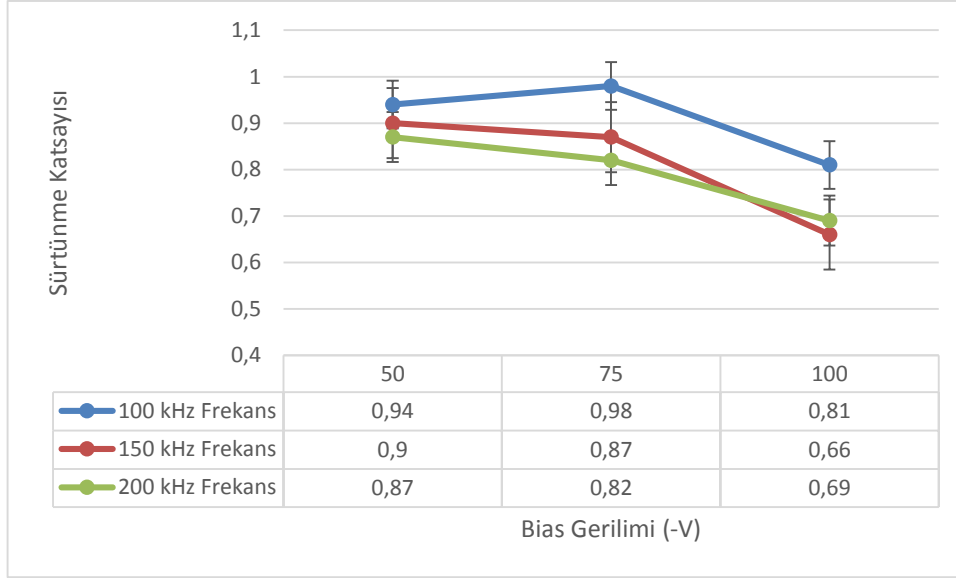
450°C sıcaklık ortamında elde edilen sürtünme katsayıları için yapılan ANOVA analizleri sonucunda elde edilen değerler Tablo 25'te verilmiştir.

Tablo 25. 450°C ortam sıcaklığında elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerlerinin ANOVA tablosu

| Değişimin Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kareler | F Değeri | P Değeri | Katkı Yüzdesi (%) |
|------------------------|---------------------|-----------------|------------------|----------|----------|-------------------|
| Frekans (Hz) | 2 | 2,6015 | 1,30075 | 44,41 | 0,022 | 24,38 |
| Bias Gerilimi (V) | 2 | 7,4494 | 3,72472 | 127,18 | 0,008 | 69,81 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 2 | 0,5616 | 0,28078 | 9,59 | 0,094 | 5,26 |
| Kalıntı Hata | 2 | 0,0586 | 0,02929 | | | |
| Toplam | 8 | 10,6711 | | | | |

Tablo 25'e göre 450°C ortam sıcaklığında yapılan aşınma deneylerinden elde edilen ortalama sürtünme katsayılarına en fazla etki eden bias geriliminin katkı yüzdesi % 69,81 olarak elde edilmiştir. Frekans ve çalışma basıncının katkı yüzdeleri ise sırasıyla % 24,38 ve % 5,26 olarak hesaplanmıştır.

Darbe frekansının 100 kHz değerinde sabit olduğu R1, R2 ve R3 numune grubunda bias geriliminin 50 V'dan 75 V'a artırıldığında sürtünme katsayısının ihmal edilebilir bir seviyede artış kaydettiği görülmüştür. Ancak bias gerilimin 100 V olduğu R3 numunesinde sürtünme katsayısının bariz bir şekilde azaldığı görülmüştür (Tablo 23 ve Şekil 86). Tillmann vd. [49] 500°C sıcaklıkta yapmış oldukları çalışmada bias gerilimin artmasıyla azalan sürtünme katsayısı davranışı gözlemlendiği rapor etmişlerdir. Uygulanan darbe frekansının 150 kHz olduğu R4, R5 ve R6 numunelerinde de bias geriliminin artmasıyla sürtünme katsayısının azaldığı görülmüştür (Tablo 23 ve Şekil 86). Aynı şekilde kaplama darbe frekansının 200 kHz olarak sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numunelerinde de aynı şekilde bias geriliminin artmasıyla sürtünme katsayısının azaldığı görülmüştür (Tablo 23 ve Şekil 86).

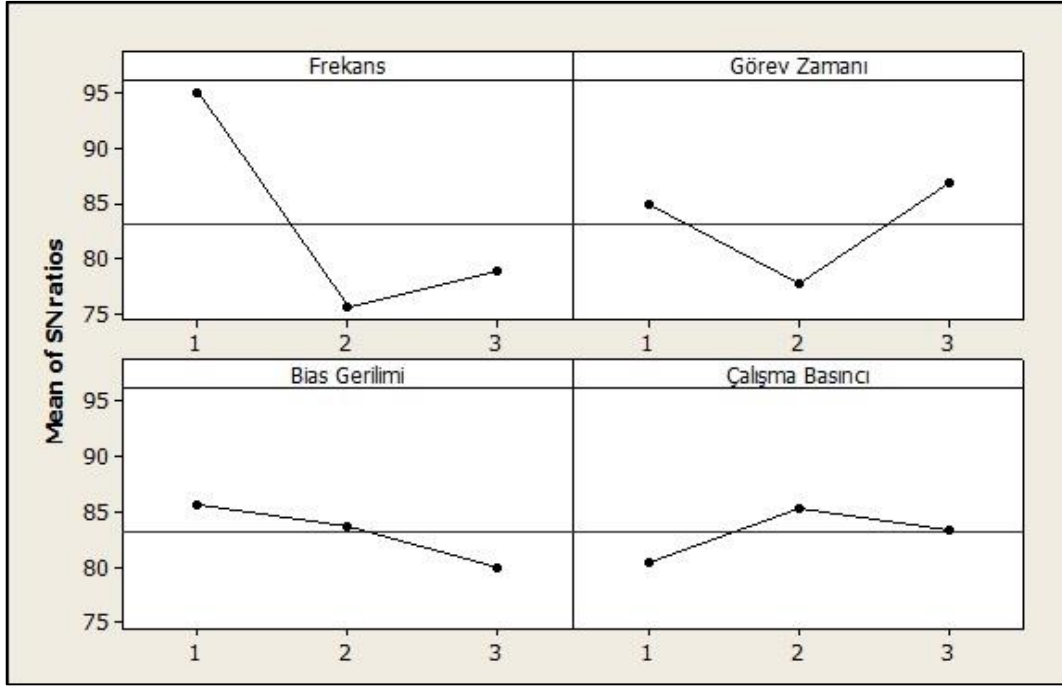


Şekil 86. 450°C ortam sıcaklığında yapılan deneylerden elde edilen sürtünme katsayısının bias gerilimine göre değişimi

Tablo 18 ve 23'ten 450°C ortam sıcaklığında gerçekleştirilen deneylerde R1, R2, R4 ve R6 numunelerinin sürtünme katsayılarının oda sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinden daha yüksek olduğu görülmüştür. R3, R5, R7, R8 ve R9 numunelerinin sürtünme katsayıları ise 450°C ortam sıcaklığında yapılan deneylerde oda sıcaklığında elde edilen sürtünme katsayılarına göre bir miktar düşük olduğu gözlenmiştir. Bu durumun yüksek sıcaklıkta kaplama tabakası malzemesinde meydana gelen kimyasal reaksiyonlar sonucunda oluşan oksit tabakasının yapısıyla ilişkili olduğu düşünülmektedir [159].

450°C ortam sıcaklığında gerçekleştirilen aşınma deneylerinden elde edilen numunelerin aşınma yollarının optik profilometre ile incelenerek hesaplanan aşınma miktarları Tablo 23'te verilmiştir. Tablo 23'e göre ölçülen en yüksek aşınma oranı R5 kaplama parametreleriyle üretilen numunede elde edilirken, en düşük aşınma oranı R1 kaplama parametreleriyle üretilen numunede ölçülmüştür.

450°C sıcaklık ortamında yapılan deneylerden elde edilen aşınma miktarlarının S/N oranları daha düşük daha iyi ölçütüne göre belirlenmiştir. Bu kritere göre elde edilen S/N grafiği Şekil 87'de verilmiştir. Her bir parametrenin aşınma oranı için S/N oranlarının ortalamaları Tablo 26'da verilmiştir. Şekil 87 ve Tablo 26'dan 450°C ortam sıcaklığında elde edilen aşınma miktarlarına en fazla etki eden parametrenin darbe frekansı olduğu belirlenmiştir. En az etkili parametrenin ise çalışma basıncı olduğu belirlenmiştir.



Şekil 87. Kaplama parametrelerinin 450°C’de yapılan deneylerden elde edilen aşınma oranı değerlerine etkisi

Tablo 26. 450°C’de elde edilen aşınma oranı değerlerine etki eden kaplama parametrelerinin her seviye için S/N oranları ve Delta istatistiği

| Parametreler | 450 Ortam Sıcaklığı Aşınma oranı (mm ³ /Nm) | | | Delta (Maks.-Min.) | Etki Derecesi |
|------------------------|--|----------|----------|--------------------|---------------|
| | Seviye 1 | Seviye 2 | Seviye 3 | | |
| Frekans (Hz) | 95,0 | 75,62 | 78,86 | 19,39 | 1 |
| Görev Zamanı (µs) | 84,93 | 77,75 | 86,80 | 9,05 | 2 |
| Bias Gerilimi (V) | 85,71 | 83,80 | 79,9 | 5,75 | 3 |
| Çalışma Basıncı (Torr) | 80,54 | 85,47 | 83,47 | 4,92 | 4 |

Yapılan ANOVA analizi sonucunda elde edilen değerler Tablo 27’de verilmiştir. Bu tabloya göre 450°C sıcaklık ortamında yapılan deneylerde aşınma oranına en fazla etki eden parametre olan darbe frekansının elde edilen değerlere katkı yüzdesi % 74,18 olarak elde edilirken. Görev zamanı ve bias gerilimin katkı yüzdeleri sırasıyla % 15,71 ve % 5,89 olarak elde edilmiştir.

Tablo 27. 450°C ortam sıcaklığındaki aşınma oranı değerlerinin ANOVA tablosu

| Değişimin Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Ortalama Kareler | F Değeri | P Değeri | Katkı Yüzdesi (%) |
|-------------------|---------------------|-----------------|------------------|----------|----------|-------------------|
| Frekans (Hz) | 2 | 647,04 | 323,52 | 17,61 | 0,054 | 74,18 |
| Görev Zamanı (µs) | 2 | 137,04 | 68,52 | 3,73 | 0,211 | 15,71 |
| Bias Gerilimi (V) | 2 | 51,39 | 25,69 | 1,40 | 0,417 | 5,89 |
| Kalıntı Hata | 2 | 36,74 | 18,37 | | | |
| Toplam | 8 | 872,21 | | | | |

Tablo 23'te 450°C ortam sıcaklığında gerçekleştirilen deneylerde R1, R2, R3, R6, R7 ve R9 numunelerinin aşınma miktarlarının kaplanmamış, sadece sertleştirilmiş durumdaki H13 taban malzemeye göre daha az olduğu görülmüştür. Tablo 23'ten ayrıca TiAlCrNbN kaplanmış R1, R2, R3, R5, R6, R9 numunelerinin 450°C ortam sıcaklığında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen aşınma miktarlarının, oda sıcaklığında gerçekleştirilen deneylerde elde edilen aşınma miktarlarından daha az olduğu görülmüştür.

Bu numunelerden, darbe frekansının 100 kHz olarak sabit olduğu R1, R2 ve R3 numunelerine bakıldığında en yüksek aşınma oranı R2 numunesinde elde edilirken en düşük aşınma oranının R1 kaplama parametreleriyle üretilen numunede elde edilmiştir.

Darbe frekansının 150 kHz olarak sabit tutulduğu R4, R5 ve R6 numuneler incelendiğinde en yüksek aşınma oranının R5 numunesinde elde edilirken, en düşük aşınma oranının R6 numunesinden elde edilmiştir. R5 numunesinin aşınma oranının çok yüksek olması bu numunenin adezyon, sertlik ve elastik modül değerlerinin çok düşük olmasıyla ilgili olduğu düşünülmektedir. R6 numunesinde elde edilen düşük aşınma oranının 450°C'de oluşan oksit tabakasına ek olarak bu sıcaklıkta meydana gelen bir gerilme rahatlamasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir [55].

Darbe frekansının 200 kHz olarak sabit tutulduğu R7, R8 ve R9 numunelerine bakıldığında, R8 kaplama parametreleriyle üretilen numuneden en yüksek aşınma oranını elde edilirken, en düşük aşınma oranının R9 kaplama parametreleriyle üretilen numuneden elde edildiği görülmüştür. Bu numunelerde dikkat çeken durum R9 numunesinin adezyon dayanımının düşük olmasına rağmen yüksek sıcaklıktaki aşınma oranının R8 ve R7 numuneleriyle karşılaştırıldığında düşük elde edilmesidir. Bu durum büyük bir ihtimalle bu sıcaklıkta meydana gelebilecek gerilme rahatlamasından ve plastik deformasyona karşı

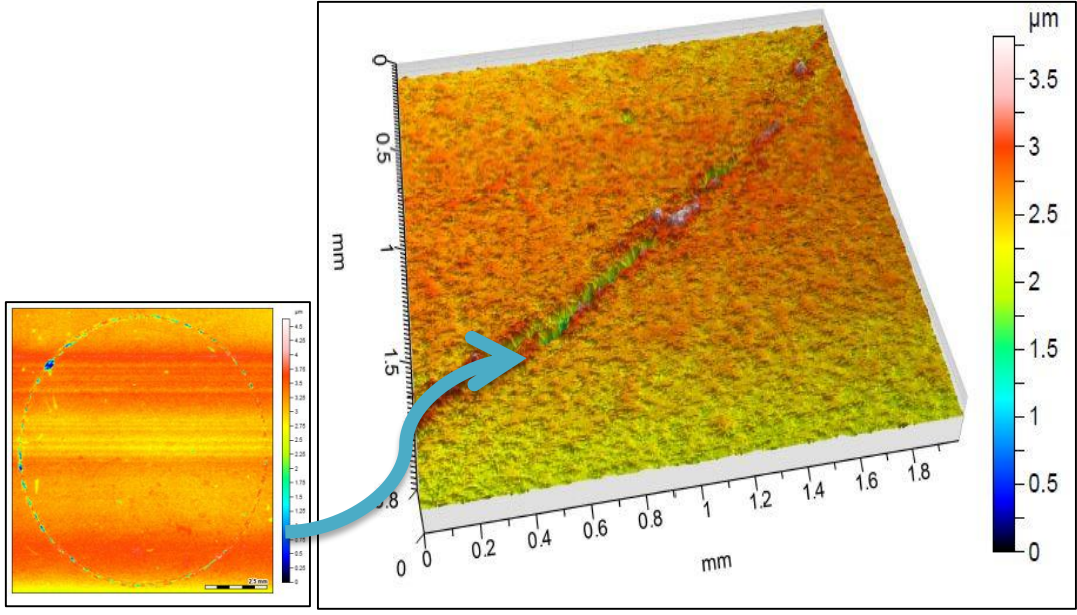
direnci ifade eden H^3/E^2 oranının diğer numunelere oranla bu numunede yüksek (0,13) elde edilmesiyle ilgili olduğu düşünülmektedir.

450°C ortam sıcaklığında yapılan deneylerdeki numunelerin aşınma yüzeylerinden optik profilometre ile elde edilen topoğrafik fotoğraflar Şekil 88-96'te, SEM (Seconder Electron ve Back Scatter Mode) fotoğrafları ise Şekil 97-105'te verilmiştir. Yapılan topoğrafik ve SEM incelemeleri sonucunda genel olarak aşınma mekanizmasının abrazif ve oksidatif karakterde olduğu görülmüştür. Darbe frekansının 100 kHz olduğu R1, R2 ve R3 numunelerinin optik profilometre fotoğraflarına bakıldıklarında; Şekil 88'den R1 numunesinin aşınma izinin çok ince olduğu ve kısmi olarak bazı bölgelerinde çukurcuklar olduğu görülmüştür. Şekil 89'da R2 numunesinde de aynı kısmi aşınma çukurcuklarının daha geniş bir şekilde meydana geldiği ve aşınma yolu izinin derinleştiği görülmüştür. Şekil 90'da R3 numunesinde ise aşınma yolu izinin tekrar inceldiği görülmüştür. Bu davranışın R3 numunesinin sahip olduğu mikro yapının yoğun olması, yüksek nanosertlik ve adezyon dayanımıyla ilgili olduğu düşünülmektedir. Aynı numunelerin aşınma yüzeylerinin Şekil 97-99 verilen SEM fotoğrafları incelendiğinde; R2 ve R3 numunesinin R1'e göre daha az oksidasyona uğramış olduğu görülmektedir. Aynı şekillerde R1, R2 ve R3 numunelerinin aşınma izi içerisinde aşınma izine dik doğrultuda mikro çatlakların ve çiziklerin meydana geldiği görülmüştür. Şekil 98'dan R2 numunesinin aşınma izi yolunda aşınan parçacıkların aşınma yolunun kenarına biriktiği görülmektedir.

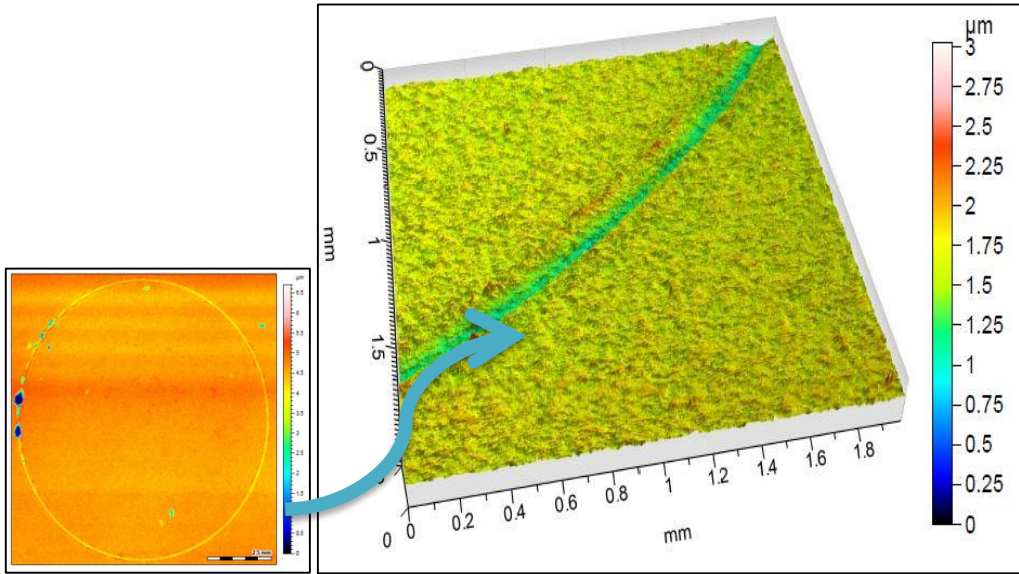
Darbe frekansının 150 kHz olduğu R4, R5 ve R6 numunelerinin aşınma yüzeylerinin optik profilometre fotoğrafları incelendiğinde; R4 numunesi için Şekil 91'de çukurcuk aşınmasının geniş bir şekilde meydana geldiği görülmüştür. Aynı şekilde abrazif çiziklerinde belirgin bir şekilde etkin olduğu görülmüştür. Şekil 100'den SEM fotoğrafına bakıldığında R4 numunesinde aşınma yoluna dik doğrultuda çatlakların meydana geldiği görülmüştür. R5 numunesinin Şekil 92'den optik profilometre fotoğrafı incelendiğinde ise aşınma yolu üzerinde çukurcukların çok daha geniş ve derin olduğu ve homojene yakın bir şekilde dağılım gösterdiği gözlenmiştir. R5 numunesinde gözlenen bu durum bu numunenin sertlik, elastik modülü ve adezyon dayanımı değerlerinin oldukça düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmüştür. Aynı numunenin Şekil 101'den SEM fotoğrafı incelendiğinde aşırı derecede oksidasyona uğramış olduğu bariz bir şekilde görülmektedir. R6 numunesinin Şekil 93'ten optik profilometre fotoğrafına bakıldığında bu gruptaki diğer numunelere nispeten daha ince bir aşınma izi elde edildiği görülmüştür. Şekil 102'de R6 numunesinde ise oksidasyon haricinde kaplamanın adezif olarak birbirinden ayrıldığı görülmüştür.

Frekansın 200 kHz olduđu R7, R8 ve R9 numunelerinin aşınma yüzeyleri incelendiğinde; R7 numunesinin Şekil 94'te verilen optik profilometre fotoğrafda ve Şekil 103'te verilen SEM fotoğrafında abrazif ve oksitatif aşınma mekanizmasının etkin olduđu görülmüştür. R8 numunesinin Şekil 95'te verilen optik profilometre fotoğrafı incelendiğinde derin çizikleri kazıma şeklinde meydana geldiği Şekil 103'te verilen SEM fotoğrafı incelendiğinde ise aşınma yoluna dik doğrultuda çatlakların meydana geldiği görülmüştür. R9 numunesinin Şekil 96'da verilen optik profilometre fotoğrafı incelendiğinde yine abrazif çiziklerin etkin olduđu ancak aşınma yolu derinliğinin daha az olduđu görülmüştür. Aynı numunenin Şekil 105'ten SEM fotoğrafı incelendiğinde numunenin oksidasyona uğradığı görülmüştür.

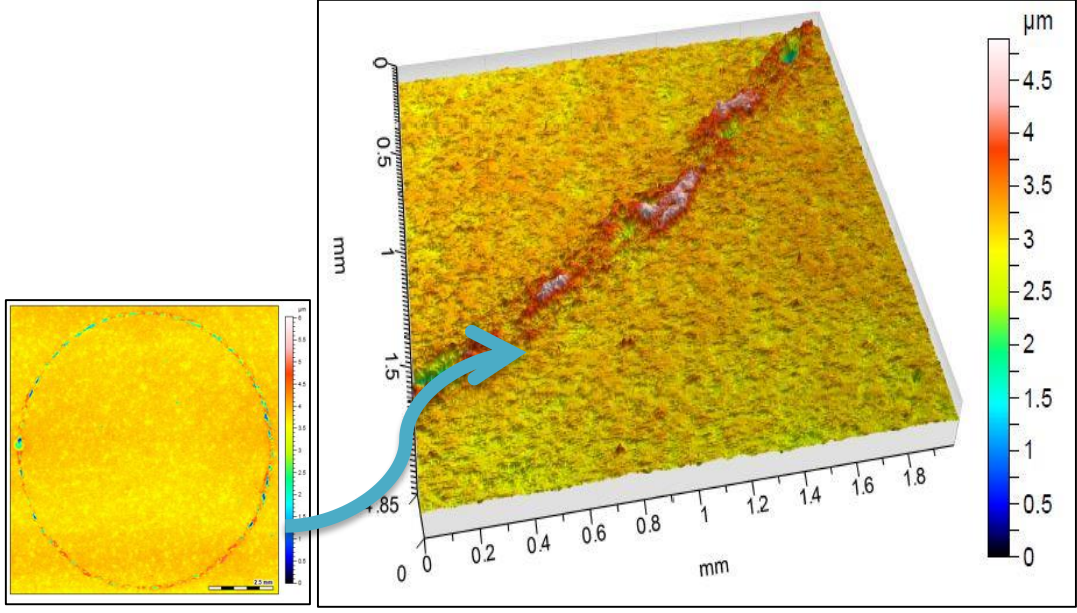
Numuneler genel olarak değerlendirildiğinde frekansın düşük olduđu R1, R2 ve R3 numunelerinde hafif aşınma izlerinin meydana geldiği görülmüştür (Şekil 88-90). Orta ve yüksek frekans değerine sahip R4, R5, R6, R7, R8 ve R9 numunelerinin optik profilometre ile çekilen aşınma izi görüntülerine bakıldığında ise derin aşınma çiziklerinin baskın bir şekilde oluştuđu görülmüştür (Şekil 91-96). 450°C ortamda yapılan aşınma deneylerinde gözlenen bu durum; orta ve yüksek frekans değerlerinde numunelerin aşırı miktarda yüksek enerjiye sahip iyonlarla bombardıman edilmesi sonucunda kaplama içerisinde oluşabilecek aşırı miktarda kalıntı gerilmelerden kaynaklanmış olabileceği düşünülmüştür.



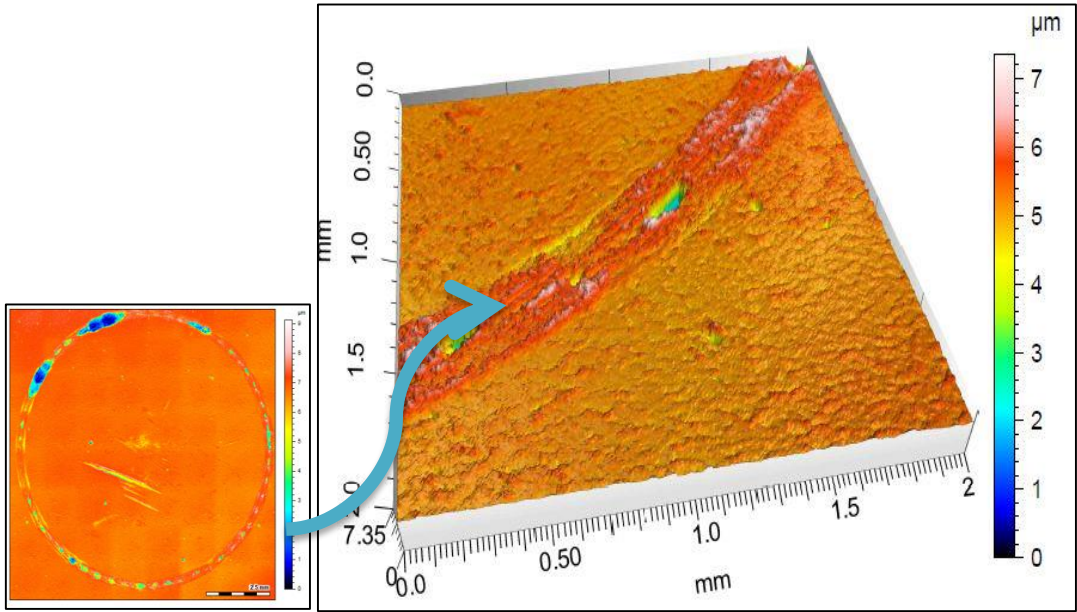
Şekil 88. R1 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



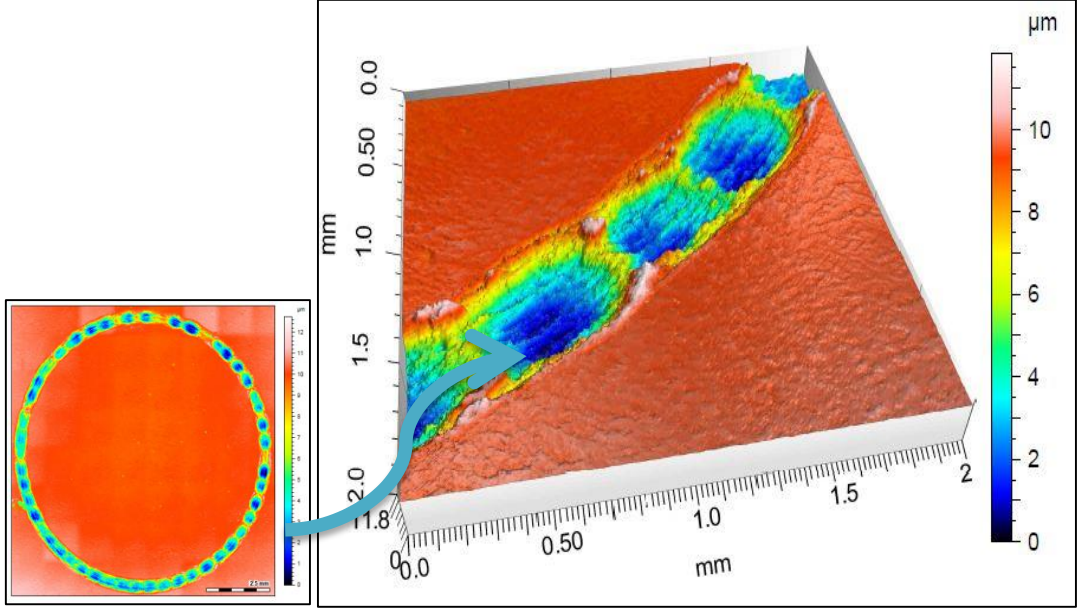
Şekil 89. R2 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



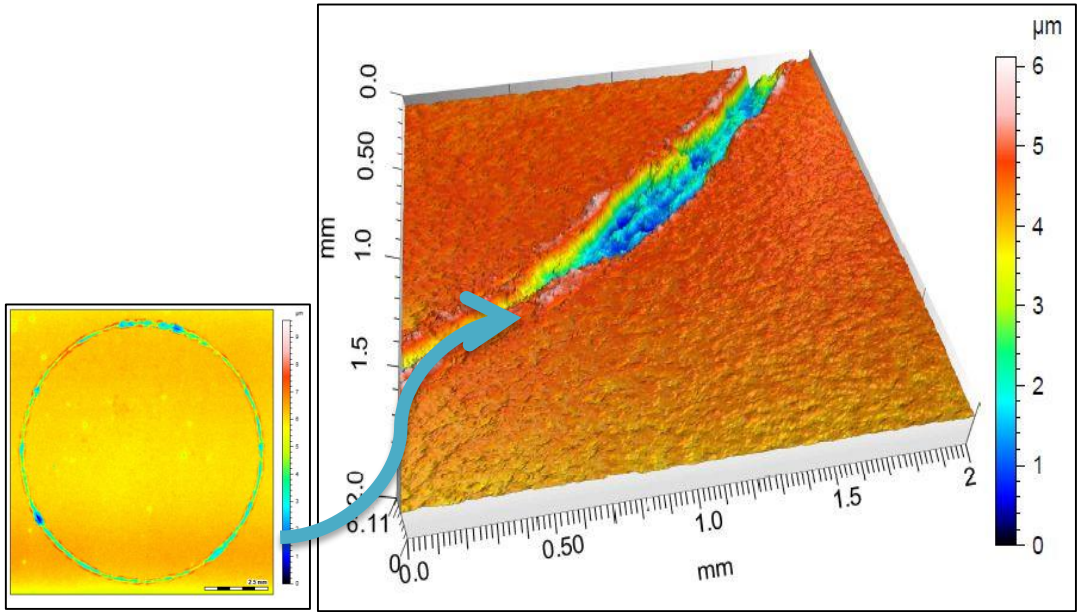
Şekil 90. R3 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



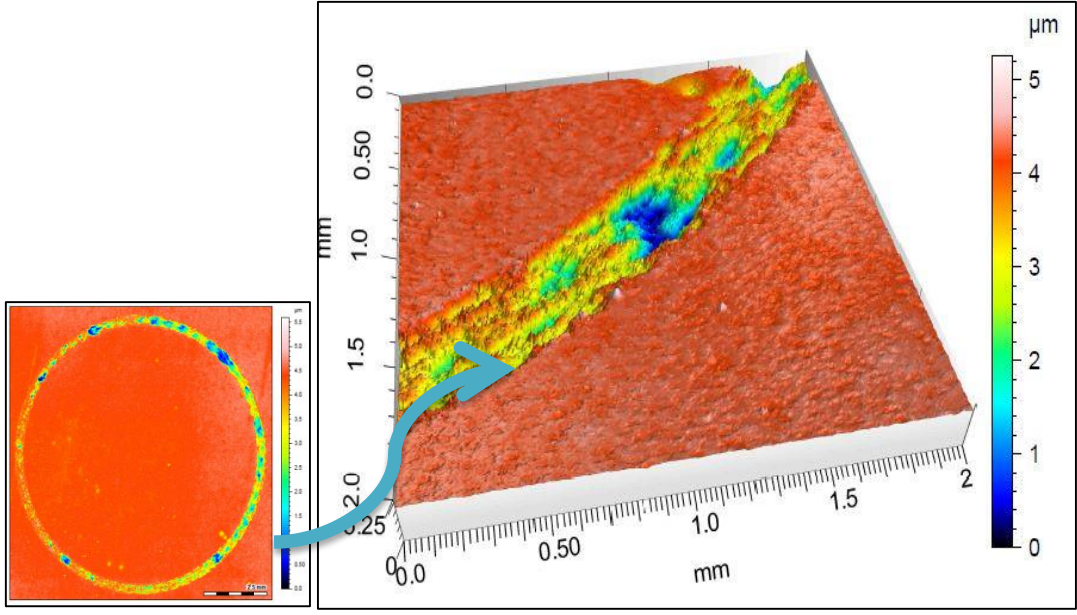
Şekil 91. R4 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



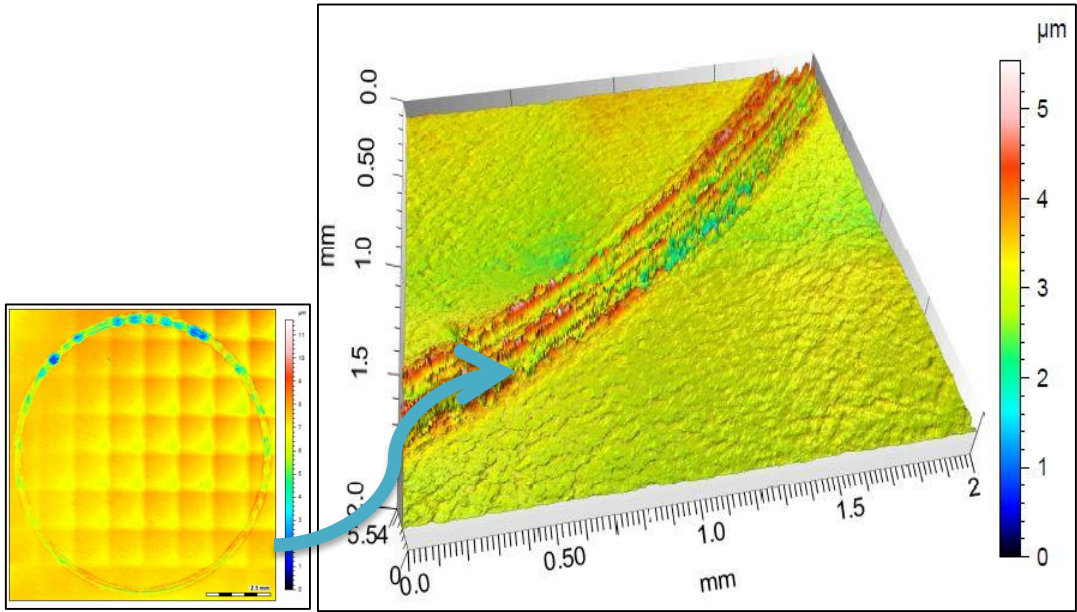
Şekil 92. R5 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



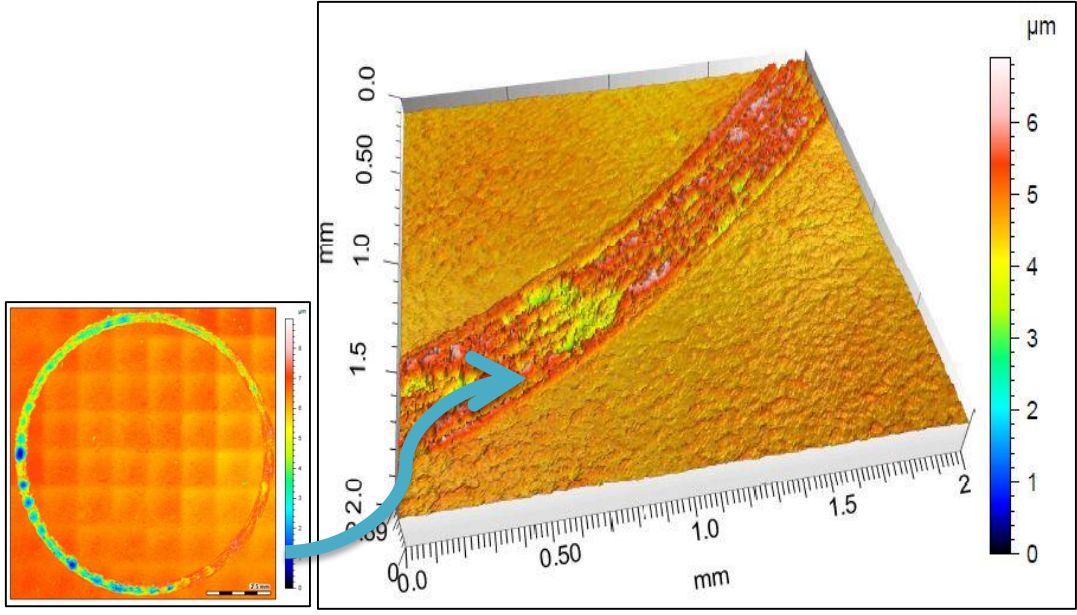
Şekil 93. R6 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



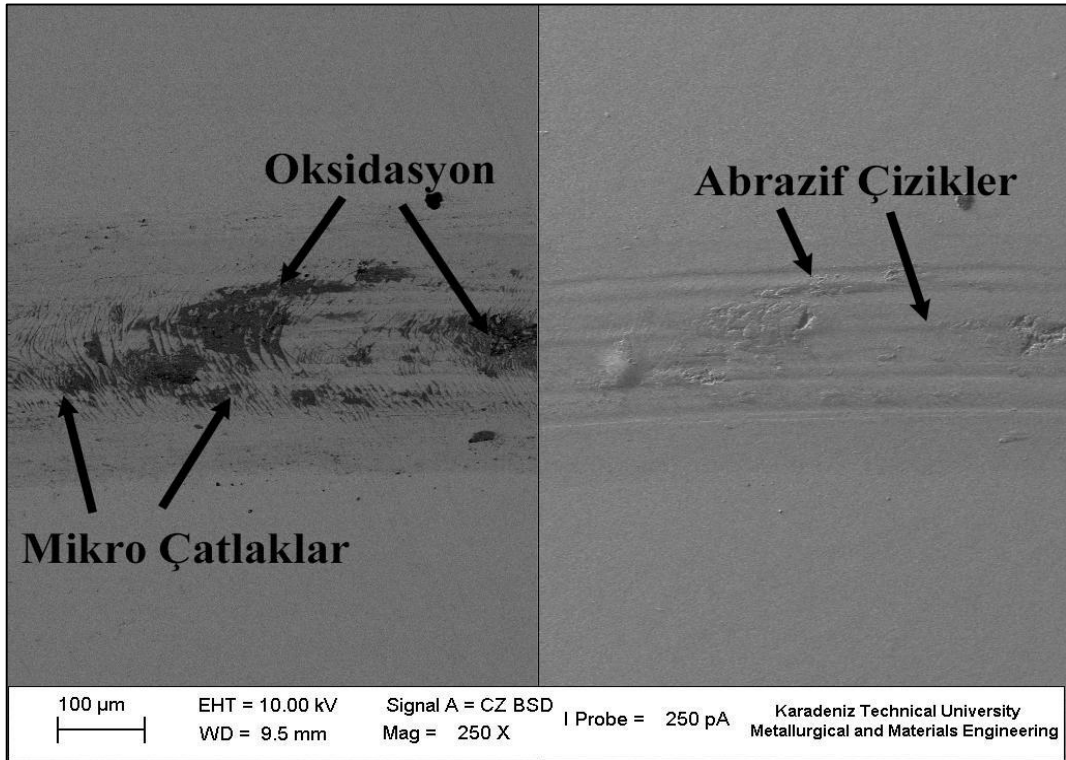
Şekil 94. R7 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



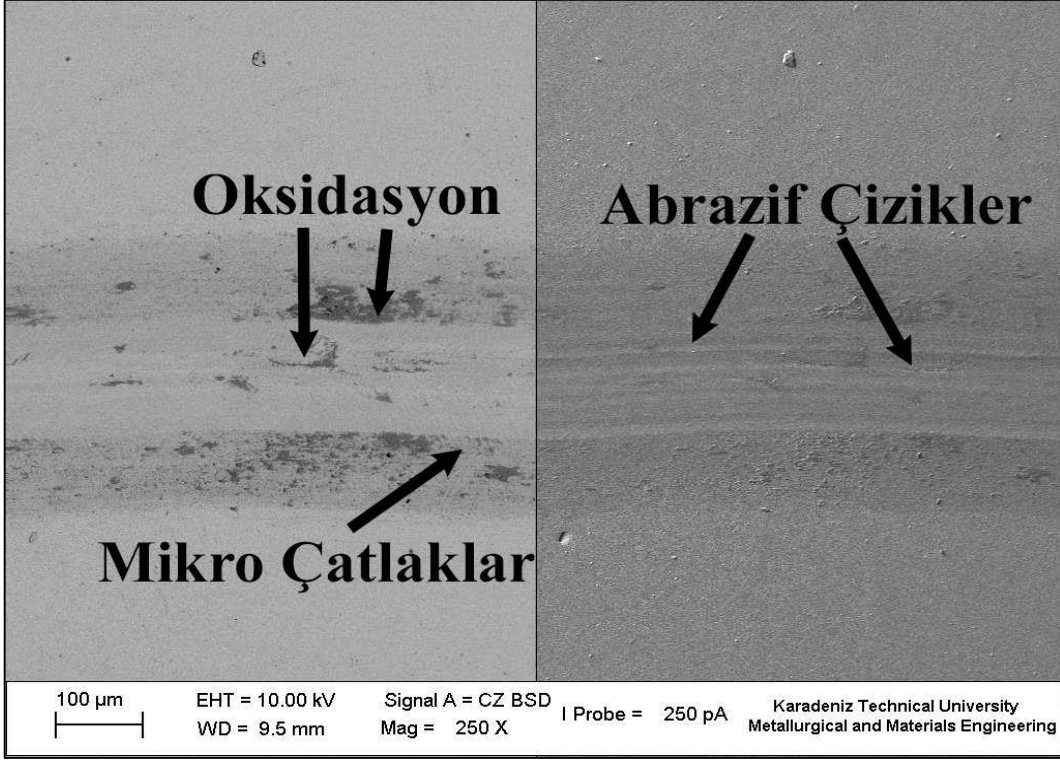
Şekil 95. R8 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



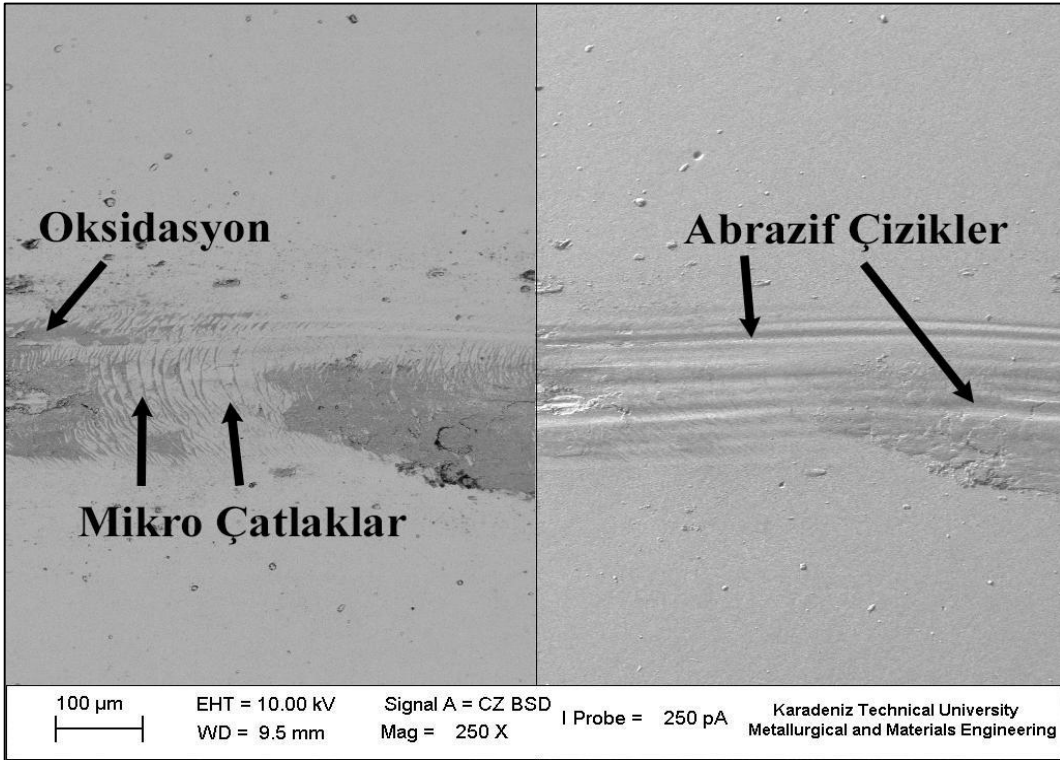
Şekil 96. R9 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi OP görünümü



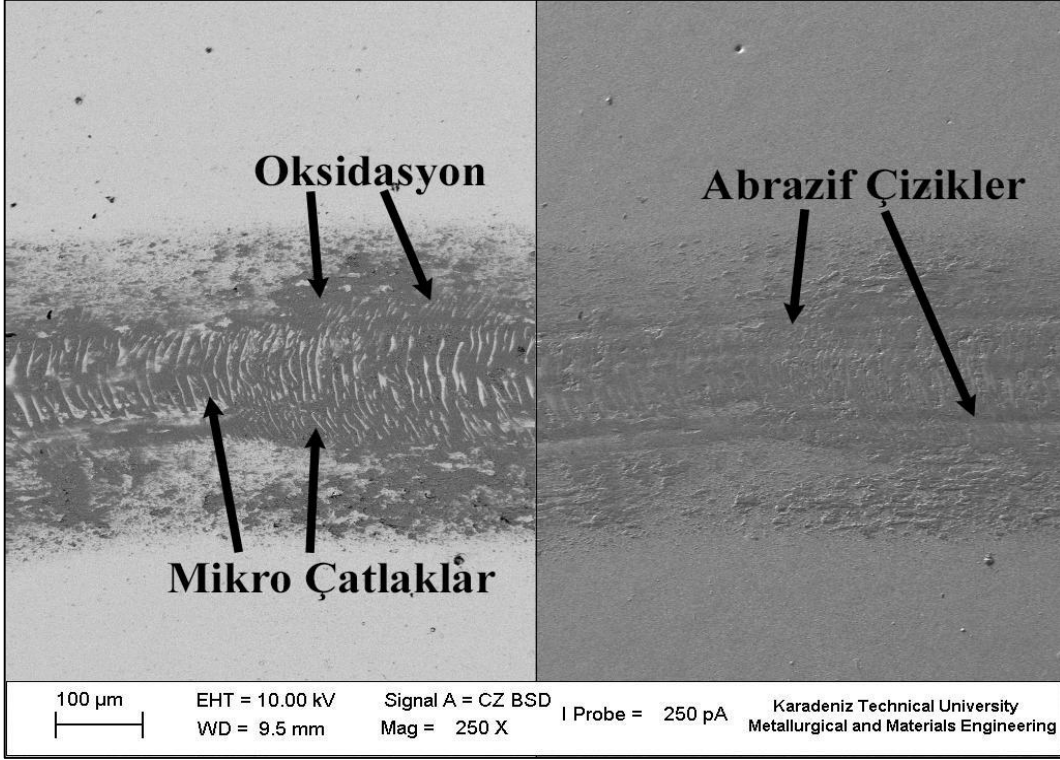
Şekil 97. R1 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



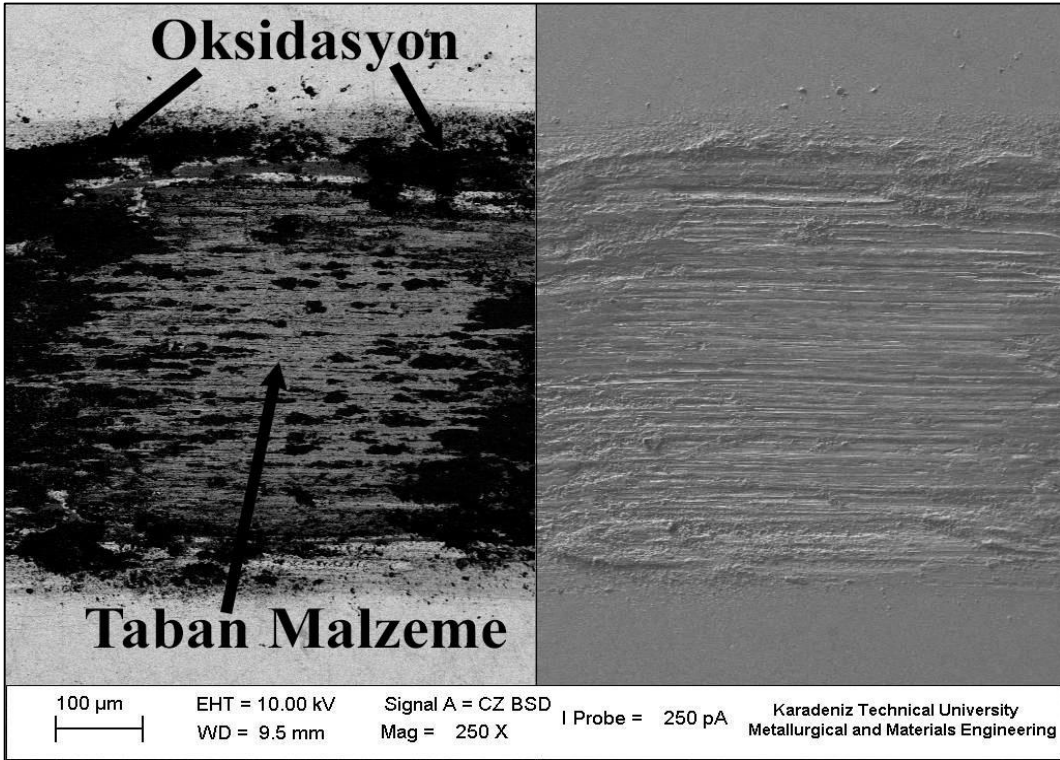
Şekil 98. R2 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



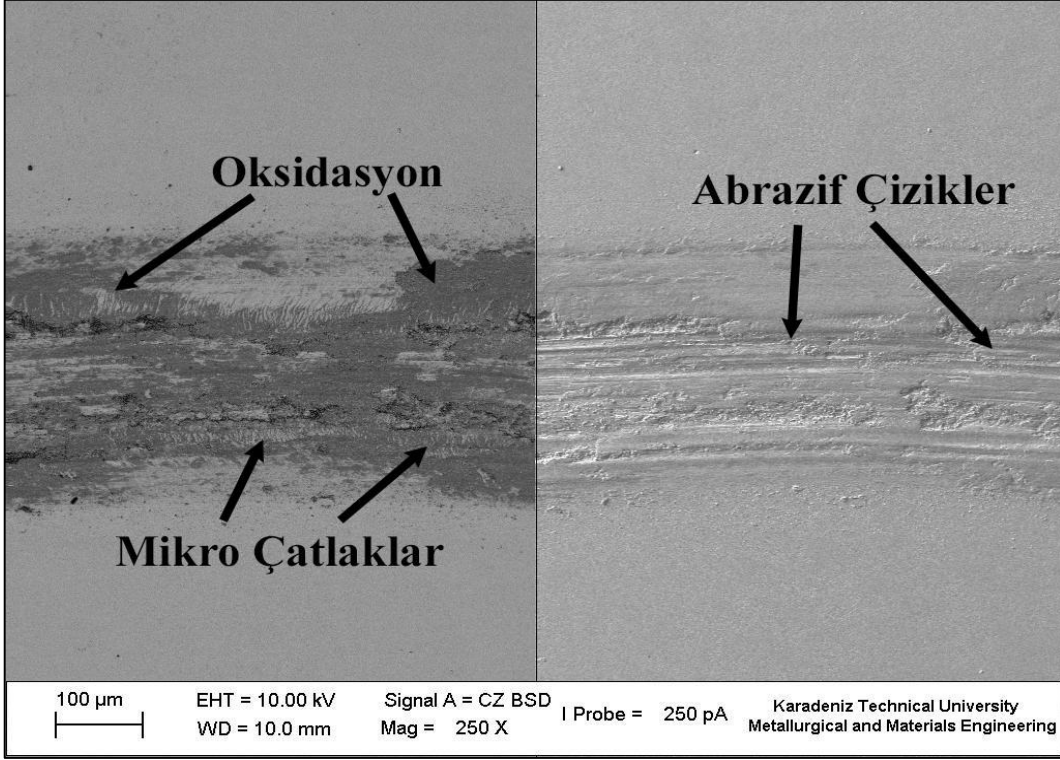
Şekil 99. R3 numunesinin 450°C’de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



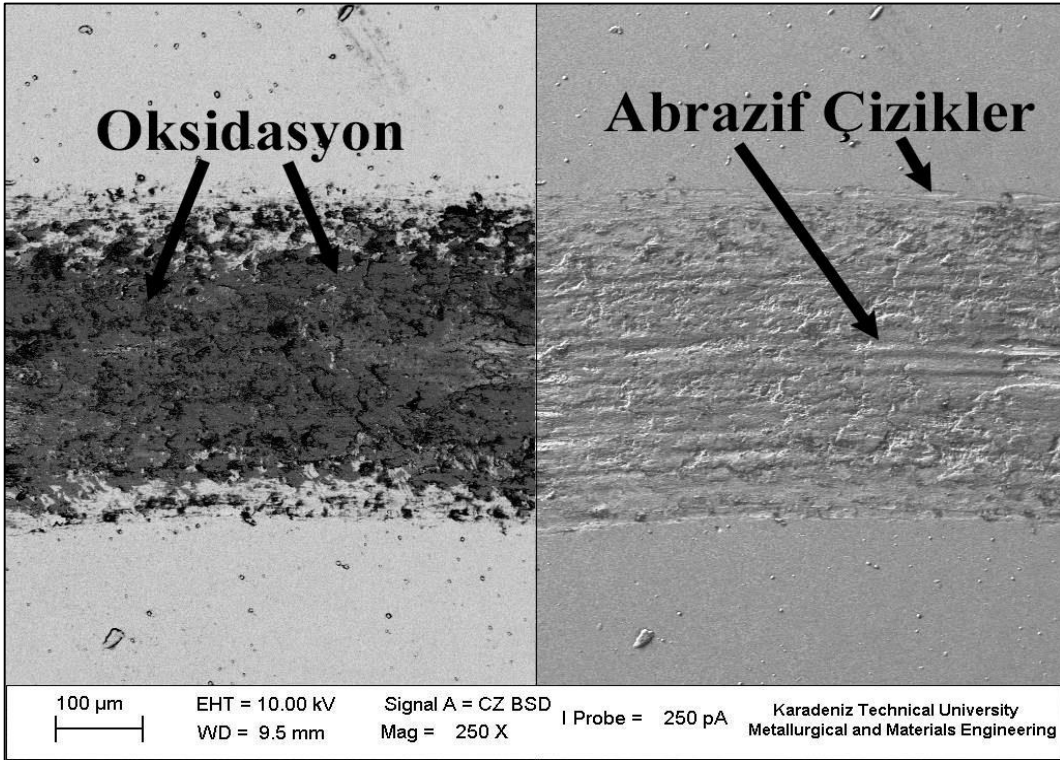
Şekil 100. R4 numunesinin 450°C'de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



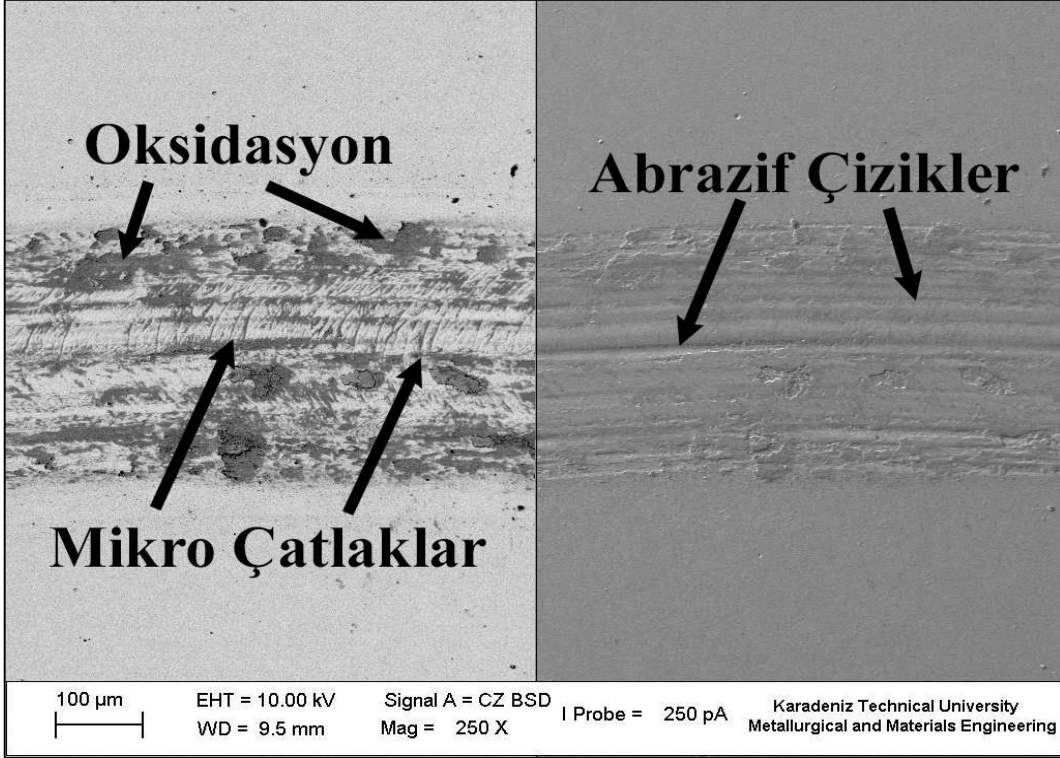
Şekil 101. R5 numunesinin 450°C'de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



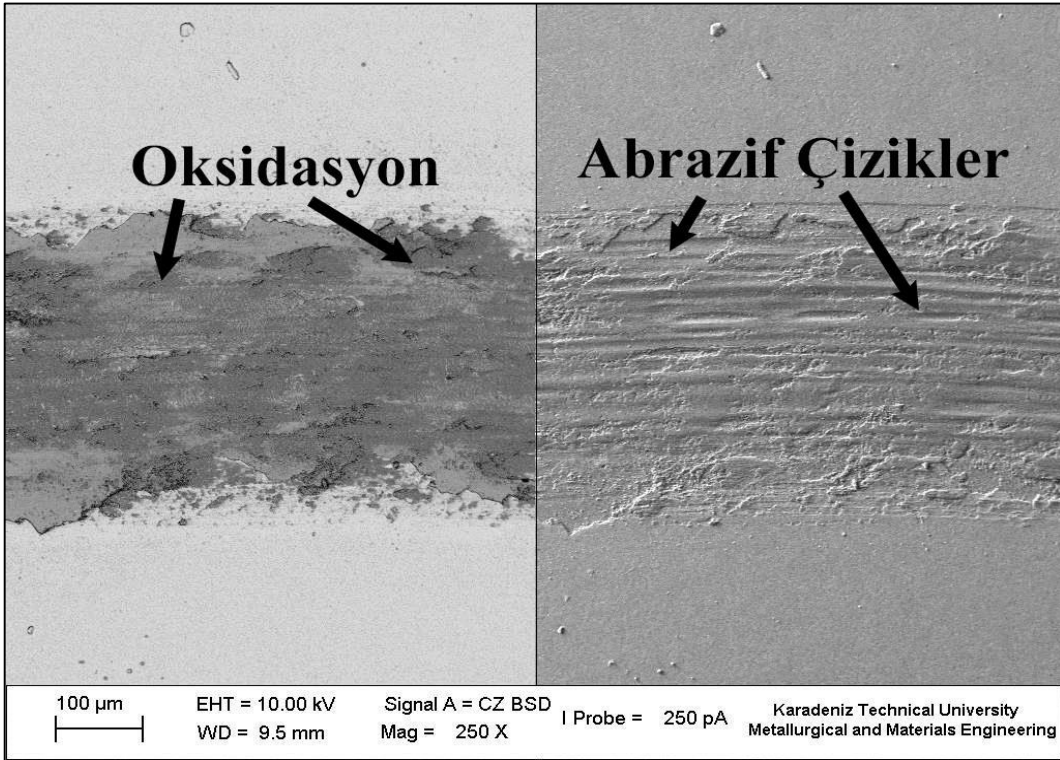
Şekil 102. R6 numunesinin 450°C'de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



Şekil 103. R7 numunesinin 450°C'de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



Şekil 104. R8 numunesinin 450°C'de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü



Şekil 105. R9 numunesinin 450°C'de elde edilen aşınma yüzeyi SEM görünümü

Elde edilen sürtünme ve aşınma değerlerini literatürle karşılaştırdığımızda yine benzer sonuçlar elde edilmiştir. Franz ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada katodik ark buharlaştırma yöntemiyle kaplanmış NbAlN kaplamalarının oda sıcaklığında, 500°C’de ve 700°C ortamlarda sürtünme ve aşınma davranışlarını incelemiştir. Nb_{0,73}Al_{0,27}N kaplanmış numunelerin oda sıcaklığında gerçekleştirilen deneylerinde sürtünme katsayısının 0,9 olarak elde edilmişken, ortam sıcaklığının 500°C’ye çıkartılması durumunda sürtünme katsayısının bir miktar azaldığı, ortam sıcaklığının 700°C’a çıkarılması durumunda ise 0,6 değerine düştüğü rapor edilmiştir. Ancak 700°C’lik test ortamında kaplama tabakasının taban malzemededen büyük oranda soyulmuş olduğu için 0,6 değerine kadar azalmasında çelik taban malzemesinin önemli etkisi olduğu ifade edilmiştir. Aynı çalışmada yüksek Al miktarına sahip Nb_{0,29}Al_{0,71}N numunesi için oda sıcaklığında sürtünme katsayısı 0,8, sıcaklığın artmasıyla birlikte sürtünme katsayısının da 1,0 değerine kadar arttığı rapor edilmiştir. Aşınma oranının ise ortam sıcaklığının 500°C’ye çıkartıldığında Nb₂O₃ bileşiğinin oluşmasıyla ilgili olarak oda sıcaklığında yapılan deneylere göre azaldığı, 700°C’de ise aşırı oksitlenme nedeniyle arttığı rapor edilmiştir [160].

Ti_{0,34}Al_{0,66}N kaplamasının ortam sıcaklığının 50°C ile 600°C aralığında tutulduğu ortamlarda sergilediği tribolojik özelliklerinin incelendiği çalışmada, aşınma oranının yüksek ortam sıcaklığında dikkate değer bir şekilde azaldığı ifade edilmiştir. Aşınma direncinde meydana gelen iyileşmenin deney esnasında kaplama yüzeyinde oluşan Al₂O₃ koruyucu oksit tabakasıyla ilişkili olduğunu ortaya konulmuştur. Aynı çalışmada yüksek sıcaklıklarda sürtünme katsayısında meydana gelen artışın (1 civarında) ve aşırı dalgalanmanın, sürtünen yüzeylerin yüksek sıcaklıktaki sertliklerinin azalmasıyla temas alanlarının artmasından kaynaklandığı ifade edilmiştir [29].

Hsieh ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada genel olarak Cr bakımından zengin kaplamaların aşınma oranlarının Nb bakımından zengin olan kaplamalara göre daha düşük olduğunu ifade etmişlerdir. Cr bakımından zengin olan kaplama tabakalarında oluşan Cr₂O₃ ve CrNbO₄ bileşiklerinin aşınma oranını azaltıcı yönde etki ettikleri ifade edilmiştir. Nb oranının fazla olduğu numunelerde ise gözenekli yapıda olan ve koruyucu olmayan Nb₂O₅.nH₂O yapısı oluşarak karşı yüzey ile teması sonucunda kazıma türü aşınmaya neden olduğu ifade edilmiştir [161].

Pheiler ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada TiAlVN kaplamasının oda ve yüksek sıcaklıklardaki tribolojik özellikleri araştırılmıştır. Oda sıcaklığında yapılan deneylerde yüksek aşınma oranı elde edilirken, yüksek sıcaklıklarda yapılan deneylerde

aşınma oranının azaldığı ifade edilmiştir. Sonuç olarak aşınma oranının fazla olduğu bu durumlarda ortam neminin ve oksijen seviyesinin etkin olduğunu ifade etmişlerdir. Aynı çalışmada yüksek sıcaklıklarda oluşan koruyucu oksit tabakasının ve artan sıcaklıkla birlikte kaplamaların tokluğunun artmasının aşınma oranını azalttığı ifade edilmiştir [159].

Baracaldo ve arkadaşları TiAlN kaplanmış AISI H13 çeliğinin 600°C'lık sıcaklık ortamında yapmış oldukları sürtünme ve aşınma deneylerinde sürtünme katsayısının oda sıcaklığına göre arttığı aşınma oranının ise azaldığını rapor ederek, bu durumu yüksek sıcaklıkta aşınma yolunda oluşan Ti ve Al oksit tabakalarının karışımına bağlamışlardır [47].

Fuentes ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışmada $Ti_{0,31}Al_{0,1}Si_{0,06}N_{0,53}$ ve $Ti_{0,23}Al_{0,12}Si_{0,09}N_{0,55}$ kaplamalarının 200°C ve 400°C ortamlarında yapılan aşınma deneylerinden elde edilen aşınma miktarlarının oda sıcaklığında yapılan deneylerden elde edilen değerlere göre daha az olduğunu ifade etmişlerdir [37].

Bu çalışmada da 450°C'de TiAlCrNbN kaplamaların yapılan sürtünme ve aşınma deneylerinde oluşan oksit bileşiklerin büyük çoğunluğu koruyucu karakterde olup (Al_2O_3) [54], yağlayıcı özellik gösteren (Cr-O filmler) [54] ve yükü dağıtıcı (Nb-O) etkiye sahiptir [162]. Bu oksitlerin olumlu bu özelliklerinin bir araya gelmesi sayesinde, 450°C sıcaklık ortamlarındaki aşınma deneylerinde benzer olarak R1, R2, R3, R5, R6 ve R9 numunelerinde de düşük aşınma oranı davranışı göstermişlerdir.

Literatürden genel olarak (Ti, Al, Cr, Nb)N içeren kaplamaların ikili, üçlü ve dörtlü hallerinin yüksek sıcaklıkta aşınma dirençlerinin oda sıcaklığına göre daha yüksek olduğu ifade edilmektedir. Bu çalışmada da 450°C de ortamda yapılan yüksek sıcaklık deneyleri sonucunda numunelerinin yüzeylerinden elde edilen SEM fotoğraflarında oksidasyona uğradıkları görülmüştür. Aşınma oranının düşük olmasının ana sebebinin, literatür bilgileri ışığında, yüksek sıcaklıklarda oluşan kimyasal reaksiyonlar sonucunda meydana gelen koruyucu oksit tabakasından kaynaklandığı düşünülmüştür.

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada AISI H13 sıcak iş takım çeliği üzerine TiAlCrNbN dereceli kompozit film darbeli DC kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma tekniği kullanılarak kaplanmıştır. Hedef malzeme akımları, gaz akış oranı, kaplama süresi sabit parametre olarak seçilirken, frekans (100, 150, 200 kHz), görev zamanı (0,5, 1,5, 2,5 μ s), bias voltajı (50, 75, 100 V) ve çalışma basıncı (2×10^{-3} , $2,5 \times 10^{-3}$, 3×10^{-3} Torr) değişken parametre olarak seçilmiştir. Deneylerin tasarımında Taguchi deney tasarım yöntemi kullanılmıştır. Yapılan morfolojik, yapısal, mekanik incelemeler ve sürtünme ve aşınma deneylerinden elde edilen bulguların irdelenmesinden aşağıdaki sonuçlar çıkartılmıştır.

1. TiAlCrNbN kaplamaların kalınlıklarının üzerine etki eden en önemli parametre çalışma basıncıdır. Kaplamaların kalınlıklarının üzerine en az etkili parametre ise darbe frekansıdır.
2. En düşük kaplama kalınlığı 150 kHz frekans, 0,5 μ s görev zamanı, 75 V bias voltajı ve 3×10^{-3} Torr kaplama parametreleriyle üretilir. En yüksek kaplama kalınlığı 150 kHz Frekans, 1,5 μ s görev zamanı, 100 V bias voltajı ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı parametreleriyle üretilir.
3. R1, R2 ve R3 kaplama parametreleriyle üretilen numuneler H-NbN, YMK-TiAlCrN ve H-TiAlN yapıda büyümüştür. R4, R6, R7, R8 ve R9 kaplama parametreleriyle üretilen numuneler H-NbN, YMK-TiAlN, YMK-TiAlCrN ve H-TiAlN yapıda büyümüştür. R5 kaplama parametreleriyle üretilen numune H-NbN, YMK-TiAlN, YMK-CrN ve H-TiAlN yapıda büyümüştür.
4. Tüm kaplama şartlarında TiAlCrNbN kaplanmış numunelerin yüzeysel sertliği taban malzeme yüzey sertliğine göre artar.
5. En yüksek nanosertlik değeri 100 kHz frekans, 2,5 μ s görev zamanı, 100 V bias voltajı ve 3×10^{-3} Torr çalışma basıncı kaplama parametreleriyle elde edilir. En düşük nanosertlik değeri ise 150 kHz frekans, 1,5 görev zamanı, 100 V bias voltajı ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı parametreleriyle elde edilir.
6. Nanosertlik değeri üzerine en etkin parametre çalışma basıncıdır. Nanosertlik değeri üzerine en az etkili parametre ise bias gerilimidir.
7. En yüksek elastik modülü 150 kHz frekans, 0,5 μ s görev zamanı, 75 V bias gerilimi ve 3×10^{-3} Torr kaplama parametreleriyle elde edilir. En düşük elastik modülü değeri

ise 150 kHz frekans, 1,5 μ s görev zamanı, 100 V bias gerilimi ve 2×10^{-3} Torr çalışma basıncı parametreleriyle elde edilir.

8. Elastik modül üzerine en fazla etki eden parametre çalışma basıncıdır. Elastik modül üzerine en az etki eden parametre ise bias gerilimidir.
9. Çizik testi ölçümleri sonucunda en yüksek kritik yük değeri 100 kHz frekans, 2,5 μ s görev zamanı, 100 V bias gerilimi parametreleriyle elde edilirken, en düşük kritik yük değeri 150 kHz frekans, 1,5 μ s görev zamanı, 100 V bias gerilimi ve 2×10^{-3} Torr parametreleriyle elde edilir.
10. Kaplamaların adezyon dayanımı üzerine en etkin parametre çalışma basıncıdır. Kaplamaları adezyon dayanımı üzerine en az etkileyen parametre ise bias gerilimidir.
11. Dereceli kompozit yapıda kaplanan TiAlCrNbN tabakasının sürtünme katsayıları; oda sıcaklığında 0,6-0,9 arasında, 450°C sıcaklıkta ise 0,6-0,98 arasında değişir.
12. Dereceli kompozit yapıda kaplanan TiAlCrNbN tabakasının oda sıcaklığında elde edilen en düşük aşınma oranı R3 kaplama şartlarında elde edilirken, en yüksek aşınma oranı R5 kaplama şartlarında elde edilir.
13. Kaplamaların adezyon dayanımı kaplamaların aşınma oranını doğrudan etkiler. Yüksek adezyon dayanımına sahip kaplamalar daha az aşınır, düşük adezyon dayanımına sahip kaplamalar daha fazla aşınır.
14. Dereceli kompozit yapıda kaplanan TiAlCrNbN tabakasının oda sıcaklığındaki baskın aşınma mekanizması abrazyon olurken, 450°C sıcaklıkta adezyon ve oksidasyon mekanizması daha baskındır.

5. ÖNERİLER

- Kaplamaların oluşum mekanizmalarının ve yapısal özelliklerinin daha iyi anlaşılabilmesi için kaplama tabakaları transmisyon elektron mikroskobu kullanılarak incelenebilir.
- Kaplama tabakalarının korozyon dayanımları farklı çalışma ortamları için incelenebilir.
- Kaplamaların sürtünme ve aşınma özellikleri daha yüksek ve sıfır altı sıcaklıklarda incelenebilir.
- Hedef akımları, azot akışı gibi kaplama parametrelerin kaplama tabakasının yapışma kabiliyetine etkileri incelenmelidir.
- Piyasaya dönük olarak belirlenen kaplamaların nitrürleme işlemine tabi tutulmuş altlıklara uygulanarak tribolojik özellikleri incelenebilir.

6. KAYNAKLAR

1. Stachowiak, G. ve Batchelor, A.W., Engineering tribology, Fourth Edition, Butterworth-Heinemann, USA, 2013.
2. Halling, J., Principles of Tribology, MacMillan, First Edition, Great Britain, 1975.
3. Holmberg, K., Andersson, P. ve Erdemir, A., Global Energy Consumption Due to Friction in Passenger Cars, Tribology International, 47,0 (2012) 221-234.
4. Reidenbach, F., ASM Handbook: Surface Engineering, Tenth Edition, ASM International, USA, 1994.
5. Halling, J., Surface Films in Tribology. Tribologia, 1,2 (1982) 15.
6. Lin, Y. J., Agrawal, A. ve Fang, Y., Wear Progressions and Tool Life Enhancement With AlCrN Coated Inserts in High-Speed Dry and Wet Steel Lathing, Wear, 264,3-4 (2008) 226-234.
7. Bunshah, R.F., Handbook of Hard Coatings, First Edition, William Andrew, USA, 2001.
8. Mattox, D.M., Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing, First Edition William Andrew, 2010.
9. Wasa, K., Kitabatake, M. ve Adachi, H., Thin Film Materials Technology: Sputtering of Control Compound Materials, Springer, 2004.
10. Martin, P.M., 12. Thin Film Nucleation, Growth, and Microstructural Evolution: An Atomic Scale View, William Andrew Publishing, 2010.
11. Movchan, B.A. ve Demchishin, A.V., Structure and Properties of Thick Condensates of Nickel, Titanium, Tungsten, Aluminum Oxides, and Zirconium Dioxide in Vacuum. Fiz. Metal. Metalloved. 28 (1969) 653-60.
12. Thornton, J.A., Influence of Substrate Temperature and Deposition Rate on Structure of Thick Sputtered Cu Coatings, Journal of Vacuum Science & Technology, 12,4 (1975) 830-835.
13. Lin, K. L., Hwang, M. Y. ve Wu, C. D., The Deposition and Wear Properties of Cathodic Arc Plasma Deposition TiAlN Deposits, Materials Chemistry and Physics, 46,1 (1996) 77-83.
14. Knotek, O., Munz, W.D. ve Leyendecker, T., Industrial Deposition of Binary, Ternary, And Quaternary Nitrides of Titanium, Zirconium, and Aluminum, Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 5,4 (1987) 2173-2179.

15. Holleck, H., Material Selection for Hard Coatings, Journal of Vacuum Science & Technology A, 4,6 (1986) 2661-2669.
16. 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.
17. 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.
18. 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.
19. Krella, A. ve Czyżniewski, A., Cavitation Erosion Resistance of Nanocrystalline TiN Coating Deposited on Stainless Steel, Wear, 265,7–8 (2008) 963-970.
20. Wang, Q., Zhou, F., Wang, X., Chen, K., Wang, M., Qian, T. ve Li, Y., Comparison of Tribological Properties Of CrN, TiCN And TiAlN Coatings Sliding Against SiC Balls in Water, Applied Surface Science, 257,17 (2011) 7813-7820.
21. Ma, S., Xu, K. ve Jie, W., Plasma Nitrided and TiCN Coated AISI H13 steel by Pulsed DC PECVD and Its Application for Hot Working Dies, Surface and Coatings Technology, 191,2-3 (2005) 201-205.
22. 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.
23. Antunes, R.A., Rodas, A.C.D., Lima, N.B., Higa, O.Z. ve Costa, I., Study of the corrosion resistance and in Vitro Biocompatibility of PVD TiCN-Coated AISI 316 L Austenitic Stainless Steel for Orthopedic Applications, Surface and Coatings Technology, 205,7 (2010) 2074-2081.
24. Polcar, T., Novák, R. ve Široký, P., The Tribological Characteristics of TiCN Coating at Elevated Temperatures, Wear, 260,1-2 (2006) 40-49.
25. Bressan, J.D., Hesse, R. ve Silva Jr, E.M., Abrasive Wear Behavior of High Speed Steel and Hard Metal Coated with TiAlN and TiCN, Wear, 250,1–12 (2001) 561-568.
26. 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.
27. 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, 94–95,0 (1997) 390-397.

28. 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.
29. Qi, Z.B., Sun, P., Zhu, F.P., Wu, Z.T., Liu, B., Wang, Z.C., Peng, D.L. ve Wu, C.H., Relationship Between Tribological Properties and oxidation behavior of Ti_{0.34}Al_{0.66}N Coatings at Elevated Temperature up to 900°C, Surface and Coatings Technology, 231, (2013) 267-272.
30. 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.
31. Barshilia, H.C., Yogesh, K. ve Rajam, K.S., Deposition of TiAlN Coatings Using Reactive Bipolar-Pulsed Direct Current Unbalanced Magnetron Sputtering, Vacuum, 83,2 (2008) 427-434.
32. Hörling, A., Hultman, L., Odén, M., Sjöln, J. ve Karlsson, L., Mechanical Properties and Machining Performance of Ti_{1-x}Al_xN-Coated Cutting Tools, Surface and Coatings Technology, 191,2-3 (2005) 384-392.
33. Chakrabarti, K., Jeong, J.J., Hwang, S.K., Yoo, Y.C. ve Lee, C.M., Effects of Nitrogen Flow Rates on the Growth Morphology of TiAlN Films Prepared by An RF-Reactive Sputtering Technique, Thin Solid Films, 406,1-2 (2002) 159-163.
34. 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.
35. Pemmasani, S.P., Valleti, K., Gundakaram, R.C., Rajulapati, K.V., Mantripragada, R., Koppoju, S. ve Joshi, S.V., Effect of microstructure and phase constitution on Mechanical Properties of Ti_{1-x}Al_xN Coatings, Applied Surface Science, 313,0 (2014) 936-946.
36. Xie, Z.-w., Wang, L.-p., Wang, X.-f., Huang, L., Lu, Y. ve Yan, J.-c., Influence of Si Content on Structure and Mechanical Properties of TiAlSiN Coatings Deposited by Multi-Plasma Immersion Ion Implantation and Deposition. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 21, 2, (2011) 476-482.
37. Fuentes, G.G., Almandoz, E., Pierrugues, R., Martínez, R., Rodríguez, R.J., Caro, J. ve Vilaseca, M., High temperature tribological characterisation of TiAlSiN coatings produced by cathodic arc evaporation. Surface and Coatings Technology, 205,5 (2010) 1368-1373.
38. Chang, C.-L., Lee, J.-W. ve Tseng, M.-D., Microstructure, corrosion and Tribological Behaviors of TiAlSiN Coatings Deposited by Cathodic Arc Plasma Deposition, Thin Solid Films, 517,17 (2009) 5231-5236.

39. Chang, Y.-Y. ve Lai, H.-M., Wear Behavior and Cutting Performance of CrAlSiN and TiAlSiN Hard Coatings on Cemented Carbide Cutting Tools for Ti Alloys, Surface and Coatings Technology, 259, B, (2014) 152-158.
40. Barshilia, H.C., Ghosh, M., Shashidhara, Ramakrishna, R. ve Rajam, K.S., Deposition and Characterization of TiAlSiN nanocomposite coatings prepared by Reactive Pulsed Direct Current Unbalanced Magnetron Sputtering, Applied Surface Science, 256,21 (2010) 6420-6426.
41. Kim, S.K., Vinh, P.V., Kim, J.H. ve Ngoc, T., Deposition of Superhard TiAlSiN Thin Films by Cathodic Arc Plasma Deposition, Surface & Coatings Technology, 200,5-6 (2005) 1391-1394.
42. Chen, T., Xie, Z., Gong, F., Luo, Z. ve Yang, Z., Correlation between microstructure evolution and High Temperature Properties of TiAlSiN Hard Coatings with Different Si and Al Content, Applied Surface Science, 314, (2014) 735-745.
43. Nakonechna, O., Cselle, T., Morstein, M. ve Karimi, A., On the Behaviour of Indentation Fracture in TiAlSiN Hard Thin Films, Thin Solid Films, 447-448,0 (2004) 406-412.
44. Philippon, D., Godinho, V., Nagy, P.M., Delplancke-Ogletree, M.P. ve Fernández, A., Endurance of TiAlSiN Coatings: Effect of Si and Bias on Wear and Adhesion, Wear, 270,7-8 (2011) 541-549.
45. Grzesik, W., Friction behaviour of heat Isolating Coatings in Machining: Mechanical, Thermal and Energy-Based Considerations, International Journal of Machine Tools and Manufacture, 43,2 (2003) 145-150.
46. Kutschej, K., Mayrhofer, P.H., Kathrein, M., Polcik, P., Tessadri, R. ve Mitterer, C., Structure, Mechanical and Tribological Properties of Sputtered $Ti_{1-x}Al_xN$ Coatings with $0.5 \leq x \leq 0.75$, Surface and Coatings Technology, 200,7 (2005) 2358-2365.
47. Rodriguez-Baracada, R., Benito, J.A., Puchi-Cabrera, E.S. ve Staia, M.H., High Temperature Wear Resistance of (TiAl)N PVD Coating on Untreated and Gas Nitrided AISI H13 Steel with Different Heat Treatments, Wear, 262,3-4 (2007) 380-389.
48. Kutschej, K., Mayrhofer, P.H., Kathrein, M., Polcik, P. ve Mitterer, C., A New Low-Friction Concept for $Ti_{1-x}Al_xN$ Based Coatings in High-Temperature Applications, Surface and Coatings Technology, 188-189, (2004) 358-363.
49. Tillmann, W., Sprute, T., Hoffmann, F., Chang, Y.-Y. ve Tsai, C.-Y., Influence of Bias Voltage on Residual Stresses and Tribological Properties of TiAlVN-Coatings at Elevated Temperatures, Surface and Coatings Technology, 231, (2013) 122-125.
50. Franz, R. ve Mitterer, C., Vanadium Containing Self-Adaptive Low-Friction Hard Coatings for High-Temperature Applications: A Review. Surface and Coatings Technology, 228, (2013) 1-13.

51. Tillmann, W., Momeni, S. ve Hoffmann, F., A study of mechanical and Tribological Properties of Self-Lubricating TiAlVN Coatings at Elevated Temperatures, Tribology International, 66, (2013) 324-329.
52. 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.
53. 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.
54. 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.
55. Pflüger, E., Schröer, A., Voumard, P., Donohue, L. ve Münz, W.-D., Influence of Incorporation of Cr and Y on the wear performance of TiAlN coatings at Elevated Temperatures, Surface and Coatings Technology, 115,1 (1999) 17-23.
56. Donohue, L.A., Smith, I.J., Münz, W.D., Petrov, I. ve Greene, J.E., Microstructure and Oxidation-Resistance of $Ti_{1-x-y-z}Al_xCr_yY_zN$ Layers Grown by Combined Steered-Arc/Unbalanced-Magnetron-Sputter Deposition, Surface and Coatings Technology, 94-95, (1997) 226-231.
57. Barshilia, H.C., Acharya, S., Ghosh, M., Suresh, T.N., Rajam, K.S., Konchady, M.S., Pai, D.M. ve Sankar, J., Performance evaluation of TiAlCrYN nanocomposite coatings Deposited Using Four-Cathode Reactive Unbalanced Pulsed Direct Current Magnetron Sputtering System, Vacuum, 85,3 (2010) 411-420.
58. Luo, Q., Zhou, Z., Rainforth, W. ve Bolton, M., Effect of Tribofilm Formation on the Dry Sliding Friction and Wear Properties of Magnetron Sputtered TiAlCrYN Coatings, Tribology Letters, 34,2 (2009) 113-124.
59. Ohring, M., Materials Science of Thin Films, Second Edition Academic Press, 2001.
60. Tracton, A.A., Coatings Materials and Surface Coatings, CRC Press, 2006.
61. Rossnagel, S.M., Cuomo, J.J. ve Westwood, W.D., Handbook of Plasma Processing Technology: Fundamentals, Etching, Deposition, and Surface Interactions, William Andrew Inc., 1990.
62. Lee, K.W., Structure, Mechanical, Tribological Properties, and High Temperature Stability of titanium diboride/titanium carbide and Titanium Oxide/Aluminum Oxide Multilayer Coatings Synthesized by Magnetron Sputtering, Ph.D., Northwestern University, Ann Arbor, 2004.

63. Seshan, K., Handbook of Thin Film Deposition, Third Edition, William Andrew, 2012.
64. Kelly, P.J. ve Arnell, R.D., Magnetron Sputtering: A Review of Recent Developments and Applications, Vacuum, 56,3 (2000) 159-172.
65. Window, B. ve Savvides, N., Unbalanced DC Magnetrons As Sources of high Ion Fluxes, Journal of Vacuum Science & Technology A, 4,3 (1986) 453-456.
66. Wang, D. Y., Chang, C. L., Hsu, C. H. ve Lin, H. N., Synthesis of (Ti, Zr)N Hard Coatings by Unbalanced Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 130,1 (2000) 64-68.
67. Arnell, R.D. ve Kelly, P.J., Recent Advances in Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 112,1-3 (1999) 170-176.
68. Sellers, J., Asymmetric Bipolar Pulsed DC: the Enabling Technology for Reactive PVD. Surface and Coatings Technology, 98,1-3 (1998) 1245-1250.
69. Safi, I., Recent Aspects Concerning DC Reactive Magnetron Sputtering of Thin Films: A Review. Surface and Coatings Technology, 127,2-3 (2000) 203-218.
70. Kelly, P.J., Beevers, C.F., Henderson, P.S., Arnell, R.D., Bradley, J.W. ve Bäcker, H., A Comparison of the Properties of Titanium-Based Films Produced by Pulsed and Continuous DC Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 174-175, (2003) 795-800.
71. Lee, J.-W., Tien, S.-K. ve Kuo, Y.-C., The Effects of Pulse Frequency and Substrate Bias to the Mechanical Properties of CrN Coatings Deposited by Pulsed DC Magnetron Sputtering. Thin Solid Films, 494,1-2 (2006) 161-167.
72. Hsiao, Y.-C., Lee, J.-W., Yang, Y.-C. ve Lou, B.-S., Effects of Duty Cycle and Pulse Frequency on the fabrication of AlCrN thin films deposited by High Power Impulse Magnetron Sputtering, Thin Solid Films, 549, (2013) 281-291.
73. Mandal, P., Beake, B.D. ve Paul, S., Effect of Deposition Parameters on TiAlN Coating Using Pulsed DC CFUBMS, Surface Engineering, 29,4 (2013) 287-295.
74. Bradley, J.W., Bäcker, H., Kelly, P.J. ve Arnell, R.D., Space and Time Resolved Langmuir Probe Measurements in A 100 kHz Pulsed Rectangular Magnetron System, Surface and Coatings Technology, 142-144, (2001) 337-341.
75. 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.
76. Lee, J.W., Cuomo, J.J. ve Bourham, M., Plasma Characteristics in Pulsed Direct Current Reactive Magnetron Sputtering of Aluminum Nitride Thin Films, Journal of Vacuum Science & Technology A, 22,2 (2004) 260-263.

77. Kouznetsov, V., Macák, K., Schneider, J.M., Helmersson, U. ve Petrov, I., A Novel Pulsed Magnetron Sputter Technique Utilizing Very High Target Power Densities, Surface and Coatings Technology, 122,2-3 (1999) 290-293.
78. Alami, J., Gudmundsson, J.T., Bohlmark, J., Birch, J. ve Helmersson, U., Plasma Dynamics in A Highly Ionized Pulsed Magnetron Discharge, Plasma Sources Science and Technology, 14,3 (2005) 525.
79. Gudmundsson, J.T., Alami, J. ve Helmersson, U., Evolution of the Electron Energy Distribution and Plasma Parameters in A Pulsed Magnetron Discharge, Applied Physics Letters, 78,22 (2001) 3427-3429.
80. Sarakinos, K., Alami, J. ve Konstantinidis, S., High Power Pulsed Magnetron Sputtering: A Review on Scientific and Engineering State of the Art, Surface and Coatings Technology, 204,11 (2010) 1661-1684.
81. Asan, Ö., N., Sıcak İş Takım Çeliklerinde Hasar Oluşumu ve Önlemleri, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2008.
82. Sommitsch, C., Sievert, R., Wlanis, T. ve Redl, C., Lifetime Evaluation of Two Different Hot Work Tool Steels in Aluminium Extrusion, Computational Materials Science, 43,1 (2008) 82-91.
83. Zou, J.X., Wu, A.M., Dong, C., Hao, S.Z., Liu, Z.M. ve Ma, H.T., Beam Treatment Oxidation Protection of AISI H13 Steel by High Current Pulsed Electron. Surface & Coatings Technology, 183,2-3 (2004) 261-267.
84. Persson, A., Hogmark, S. ve Bergstrom, J., Thermal fatigue cracking of Surface Engineered Hot Work Tool Steels, Surface & Coatings Technology, 191,2-3 (2005) 216-227.
85. Meran, C. ve Sarikaya, E., Investigation of the Effects of Various Surface Treatments on Properties of Plastic Mould Steels X40CrMoV5-1, journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 55, 1 (2012) 54-58.
86. Vite, M., Moreno-Ríos, M., Hernández, E.A.G. ve Laguna-Camacho, J.R., A Study of the Abrasive Resistance of Sputtered CrN Coatings Deposited on AISI 316 and AISI H13 Steel Substrates Using Steel Particles, Wear, 271,9-10 (2011) 1273-1279.
87. Liscano, S., Gil, L., Leon, O.A., Cruz, M. ve Staia, M.H., Corrosion performance of Duplex Treatments Based on Plasma Nitriding and PAPVD TiAlN Coating, Surface & Coatings Technology, 201,7 (2006) 4419-4423.
88. Karamis, M.B., An Investigation of the Properties and Wear Behavior of Plasma-Nitrided Hot-Working Steel (H13), Wear, 150,1-2 (1991) 331-342.
89. Björk, T., Westergård, R., Hogmark, S., Bergström, J. ve Hedenqvist, P., Physical vapour Deposition Duplex Coatings for Aluminium Extrusion Dies, Wear, 225-229, 2, (1999) 1123-1130.

90. Björk, T., Bergström, J. ve Hogmark, S., Tribological simulation of Aluminium Hot Extrusion. Wear, 224,2 (1999) 216-225.
91. Harris, S.G., Doyle, E.D., Vlasveld, A.C., Audy, J., Long, J.M. ve Quick, D., Influence of Chromium Content on the Dry Machining Performance of Cathodic Arc Evaporated TiAlN Coatings, Wear, 254,1-2 (2003) 185-194.
92. Sánchez, J.E., Sánchez, O.M., Ipaz, L., Aperador, W., Caicedo, J.C., Amaya, C., Landaverde, M.A.H., Beltran, F.E., Muñoz-Saldaña, J. ve Zambrano, G., Mechanical, tribological, and Electrochemical Behavior of Cr_{1-x}Al_xN Coatings Deposited by r.f. Reactive Magnetron Co-Sputtering Method, Applied Surface Science, 256,8 (2010) 2380-2387.
93. Björk, T., Berger, M., Westergård, R., Hogmark, S. ve Bergström, J., New Physical Vapour Deposition Coatings Applied to Extrusion Dies, Surface and Coatings Technology, 146-147 (2001) 33-41.
94. 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.
95. Kim, G.S. ve Lee, S.Y., Microstructure and Mechanical Properties of AlCrN Films deposited by CFUBMS. Surface and Coatings Technology, 201,7 (2006) 4361-4366.
96. Bahrami, A., Anijdan, S.H.M., Golozar, M.A., Shamanian, M. ve Varahram, N., Effects of Conventional Heat Treatment on Wear Resistance of AISI H13 Tool Steel, Wear, 258,5-6 (2005) 846-851.
97. Nouveau, C., Tlili, B., Aknouche, H., Benlatreche, Y. ve Patel, B., Comparison of CrAlN Layers Obtained with One (CrAl) or Two Targets (Cr and Al) by Magnetron Sputtering. Thin Solid Films, 520,7 (2012) 2932-2937.
98. Musil, J., Poláková, H., Šuna, J. ve Vlček, J., Effect of Ion Bombardment on Properties of Hard Reactively Sputtered Ti(Fe)N_x Films, Surface and Coatings Technology, 177–178,0 (2004) 289-298.
99. Yu, D., Wang, C., Cheng, X. ve Zhang, F., Optimization of Hybrid PVD Process of TiAlN Coatings by Taguchi Method, Applied Surface Science, 255,5, 1, (2008) 1865-1869.
100. Taylan, D., Taguchi Deneý Tasarımı Uygulaması, SDÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 2009.
101. 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.

102. Hajek, V., Rusnak, K., Vlcek, J., Martinu, L. ve Gujrathi, S.C., Influence of Substrate Bias Voltage on the Properties of CN_x Films Prepared by Reactive Magnetron Sputtering, Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 17,3 (1999) 899-908.
103. Zhang, G.P., Gao, G.J., Wang, X.Q., Lv, G.H., Zhou, L., Chen, H., Pang, H. ve Yang, S.Z., Influence of Pulsed Substrate Bias on the Structure and Properties of Ti–Al–N Films Deposited by Cathodic Vacuum Arc, Applied Surface Science, 258,19 (2012) 7274-7279.
104. Du, H., Xiong, J., Zhao, H., Wu, Y., Wan, W. ve Wang, L., Structure and Properties of TiAlLaN Films Deposited at Various Bias Voltages, Applied Surface Science, 292,0 (2014) 688-694.
105. Bhaduri, D., Ghosh, A., Gangopadhyay, S. ve Paul, S., Effect of Target Frequency, Bias Voltage and Bias Frequency on Microstructure and Mechanical Properties of Pulsed DC CFUBM Sputtered TiN Coating, Surface and Coatings Technology, 204,21–22 (2010) 3684-3697.
106. Audronis, M., Leyland, A., Kelly, P.J. ve Matthews, A., The Effect of Pulsed Magnetron Sputtering on the Structure and Mechanical Properties of CrB₂ Coatings, Surface and Coatings Technology, 201,7 (2006) 3970-3976.
107. Lugscheider, E., Knotek, O., Löffler, F., Barimani, C., Guerreiro, S. ve Zimmermann, H., Deposition of Arc TiAlN Coatings with Pulsed Bias, Surface and Coatings Technology, 76–77, 2, (1995) 700-705.
108. 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.
109. Mayrhofer, P.H., Mitterer, C., Hultman, L. ve Clemens, H., Microstructural Design of Hard Coatings, Progress in Materials Science, 51,8 (2006) 1032-1114.
110. Barshilia, H.C., Deepthi, B., Rajam, K.S., Bhatti, K.P. ve Chaudhary, S., Structure and Properties of Reactive Direct Current Magnetron Sputtered Niobium Aluminum Nitride Coatings, Journal of materials research, 23,05 (2008) 1258-1268.
111. Desorbo, W., Effect of Dissolved Gases on Some Superconducting Properties of Niobium. Physical Review, 132,1 (1963) 107-121.
112. Bendavid, A., Martin, P.J., Netterfield, R.P., Sloggett, G.J., Kinder, T.J. ve Andrikidis, C., The Deposition of Niobium, NbN and Nb₂O₅ Films by Filtered Arc Evaporation, Journal of Materials Science Letters, 12,5 (1993) 322-323.
113. Singh, K., Krishnamurthy, N. ve Suri, A.K., Adhesion and Wear Studies of Magnetron Sputtered NbN Films, Tribology International, 50, (2012) 16-25.

114. Mamun, M.A., Farha, A.H., Er, A.O., Ufuktepe, Y., Gu, D., Elsayed-Ali, H.E. ve Elmustafa, A.A., Nanomechanical Properties of NbN Films Prepared by Pulsed Laser Deposition Using Nanoindentation, Applied Surface Science, 258,10 (2012) 4308-4313.
115. Fontalvo, G.A., Terziyska, V. ve Mitterer, C., High-Temperature Tribological Behaviour of Sputtered NbN_x Thin Films. Surface and Coatings Technology, 202,4-7 (2007) 1017-1022.
116. Kim, S.K., Cha, B.C. ve Yoo, J.S., Deposition of NbN Thin Films by DC Magnetron Sputtering Process, Surface and Coatings Technology, 177-178, (2004) 434-440.
117. 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.
118. Zhitomirsky, V.N., Grimberg, I., Rapoport, L., Boxman, R.L., Travitzky, N.A., Goldsmith, S. ve Weiss, B.Z., Bias voltage and Incidence Angle Effects on the Structure and Properties of Vacuum Arc Deposited TiN Coatings, Surface and Coatings Technology, 133-134, (2000) 114-120.
119. Warcholinski, B. ve Gilewicz, A., Effect of Substrate Bias Voltage on the Properties of CrCN and CrN Coatings Deposited by Cathodic Arc Evaporation, Vacuum, 90, (2013) 145-150.
120. 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.
121. Wang, X., Wang, L.S., Qi, Z.B., Yue, G.H., Chen, Y.Z., Wang, Z.C. ve Peng, D.L., Investigation on the Structure and Properties of Al_xCr_{1-x}N Coatings Deposited by Reactive Magnetron Co-Sputtering, Journal of Alloys and Compounds, 502,1 (2010) 243-249.
122. Lin, J., Sproul, W.D., Moore, J.J., Wu, Z.L. ve Lee, S.L., Effect of Negative Substrate Bias Voltage on the Structure and Properties of CrN Films Deposited by Modulated Pulsed Power (MPP) Magnetron Sputtering, Journal of Physics D: Applied Physics, 44,42 (2011) 425305.
123. Kelly, P.J., Hall, R., O'Brien, J., Bradley, J.W., Henderson, P., Roche, G. ve Arnell, R.D., Studies of Mid-Frequency Pulsed DC Biasing, Journal of Vacuum Science & Technology A, 19,6 (2001) 2856-2865.
124. Sahoo, P., Wear Behaviour of Electroless Ni-P Coatings and Optimization of Process Parameters Using Taguchi Method, Materials & Design, 30,4 (2009) 1341-1349.

125. Gangopadhyay, S., Acharya, R., Chattopadhyay, A.K. ve Paul, S., Effect of Substrate Bias Voltage on Structural and Mechanical Properties of Pulsed DC Magnetron Sputtered TiN–MoS_x Composite Coatings, Vacuum, 84,6 (2010) 843-850.
126. Thornton, J.A., The Microstructure of Sputter-Deposited Coatings, Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 4,6 (1986) 3059-3065.
127. 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: B, 176,11 (2011) 850-854.
128. Hasegawa, H., Yamamoto, T., Suzuki, T. ve Yamamoto, K., The effects of Deposition Temperature and Post-Annealing on the Crystal Structure and Mechanical Property of TiCrAlN Films with High Al Contents, Surface and Coatings Technology, 200,9 (2006) 2864-2869.
129. Forsén, R., Johansson, M., Odén, M. ve Ghafoor, N., Decomposition and Phase Transformation in TiCrAlN Thin Coatings, Journal of Vacuum Science & Technology A, 30,6, (2012) 061506-1-061506-8.
130. Benkahoul, M., Martinez, E., Karimi, A., Sanjinés, R. ve Lévy, F., Structural and Mechanical Properties of Sputtered Cubic and Hexagonal NbN_x Thin Films, Surface and Coatings Technology, 180–181, (2004) 178-183.
131. Havey, K.S., Zabinski, J.S. ve Walck, S.D., The chemistry, structure, and Resulting Wear Properties of Magnetron-Sputtered NbN Thin Films, Thin Solid Films, 303,1–2 (1997) 238-245.
132. Chen, J.T., Wang, J., Zhang, F., Zhang, G.A., Fan, X.Y., Wu, Z.G. ve Yan, P.X., Characterization and Temperature Controlling Property of TiAlN Coatings Deposited by Reactive Magnetron Co-Sputtering, Journal of Alloys and Compounds, 472,1–2 (2009) 91-96.
133. Zeng, X.T., TiN/NbN superlattice hard coatings deposited by Unbalanced Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 113,1–2 (1999) 75-79.
134. Voevodin, A.A., Capano, M.A., Laube, S.J.P., Donley, M.S. ve Zabinski, J.S., Design of A Ti/TiC/DLC Functionally Gradient Coating Based on Studies of Structural Transitions in Ti–C Thin Films, Thin Solid Films, 298,1–2 (1997) 107-115.
135. 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 and Coatings Technology, 206,19–20 (2012) 3961-3969.

136. Lin, J., Moore, J.J., Mishra, B., Pinkas, M. ve Sproul, W.D., Nano-Structured CrN/AlN Multilayer Coatings Synthesized by Pulsed Closed Field Unbalanced Magnetron Sputtering, Surface and Coatings Technology, 204,6–7 (2009) 936-940.
137. Park, M.-H. ve Kim, S.-H., Temperature Coefficient of Resistivity of TiAlN Films Deposited by Radio Frequency Magnetron Sputtering, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 23,2 (2013) 433-438.
138. Oliver, W.C. ve Pharr, G.M., An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments, Journal of materials research, 7,06 (1992) 1564-1583.
139. Saha, R. ve Nix, W.D., Effects of the substrate on the determination of Thin Film Mechanical Properties by Nanoindentation, Acta Materialia, 50,1 (2002) 23-38.
140. Leyland, A. ve Matthews, A., On the Significance of the H/E Ratio in Wear Control: A Nanocomposite Coating Approach to Optimised Tribological Behaviour, Wear, 246,1–2 (2000) 1-11.
141. Oberle, T.L., Properties Influencing Wear of Metals, Journal of Metals, 3, 6 (1951) 438-439.
142. Tsui, T., Pharr, G., Oliver, W., Bhatia, C., White, R., Anders, S., Anders, A. ve Brown, I., Nanoindentation and Nanoscratching of Hard Carbon Coatings for Magnetic Disks, MRS Proceedings 1995, 383-447.
143. Zhang, S., Wang, N., Li, D.J., Dong, L., Gu, H.Q., Wan, R.X. ve Sun, X., The Synthesis of Zr–Nb–N Nanocomposite Coating Prepared by Multi-Target Magnetron Co-Sputtering, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 307, (2013) 119-122.
144. Zhang, S., Sun, D., Fu, Y. ve Du, H., Effect of Sputtering Target Power on Microstructure and Mechanical Properties of Nanocomposite nc-TiN/a-SiN_x Thin Films, Thin Solid Films, 447–448,0 (2004) 462-467.
145. Bushroa, A.R., Masjuki, H.H., Muhamad, M.R. ve Beake, B.D., Optimized Scratch Adhesion for TiSiN Coatings Deposited by A Combination of DC and RF Sputtering, Surface and Coatings Technology, 206,7 (2011) 1837-1844.
146. 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.
147. Wei, Q.-p., Zhang, X.-w., Liu, D.-y., Li, J., Zhou, K.-c., Zhang, D. ve Yu, Z.-m., Effects of Sputtering Pressure on Nanostructure and Nanomechanical Properties of AlN Films Prepared by RF Reactive Sputtering, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 24,9 (2014) 2845-2855.

148. Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing, C1624-05, A.S., 2010.
149. Hoy, R., Sivel, V.G.M., Kamminga, J.D. ve Janssen, G.C.A.M., Failure During Scratch Testing of Thick and Thin CrN Coatings Examined Using Focused Ion Beam, Surface and Coatings Technology, 200,1–4 (2005) 149-152.
150. Valli, J., Makela, U., Matthews, A. ve Murawa, V., TiN Coating Adhesion Studies Using the Scratch Test Method, Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 3,6 (1985) 2411-2414.
151. Sheeja, D., Tay, B.K., Leong, K.W. ve Lee, C.H., Effect of film thickness on the stress and adhesion of Diamond-Like Carbon Coatings, Diamond and Related Materials, 11,9 (2002) 1643-1647.
152. Sanchez, J.E., Sanchez, O.M., Ipaz, L., Aperador, W., Caicedo, J.C., Amaya, C., Landaverde, M.A.H., Beltran, F.E., Munoz-Saldana, J. ve Zambrano, G., Mechanical, Tribological, and Electrochemical Behavior of Cr(1-x)Al(x)N coatings deposited by r.f. Reactive Magnetron Co-Sputtering Method, Applied Surface Science, 256,8 (2010) 2380-2387.
153. 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.
154. Al-Bukhaiti, M.A., Al-hatab, K.A., Tillmann, W., Hoffmann, F. ve Sprute, T., Tribological and Mechanical Properties of Ti/TiAlN/TiAlCN Nanoscale Multilayer PVD Coatings Deposited on AISI H11 Hot Work Tool Steel, Applied Surface Science, 318, (2014) 180-190.
155. Harry, E., Rouzaud, A., Juliet, P. ve Pauleau, Y., Adhesion and Failure Mechanisms of Tungsten–Carbon Containing Multilayered and Graded Coatings Subjected to Scratch Tests, Thin Solid Films, 342,1–2 (1999) 207-213.
156. Kataria, S., Kumar, N., Dash, S., Ramaseshan, R. ve Tyagi, A.K., Evolution of Deformation and Friction During Multimode Scratch Test on TiN Coated D9 Steel, Surface and Coatings Technology, 205,3 (2010) 922-927.
157. Luo, Q., Hovsepian, P.E., Lewis, D.B., Münz, W.D., Kok, Y.N., Cockrem, J., Bolton, M. ve Farinotti, A., Tribological properties of Unbalanced Magnetron Sputtered Nano-Scale Multilayer Coatings TiAlN/VN and TiAlCrYN Deposited on Plasma Nitrided Steels, Surface and Coatings Technology, 193,1–3 (2005) 39-45.
158. 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, 1, (1999) 74-82.

159. Pfeiler, M., Fontalvo, G.A., Wagner, J., Kutschej, K., Penoy, M., Michotte, C., Mitterer, C. ve Kathrein, M., Arc Evaporation of Ti–Al–Ta–N Coatings: The Effect of Bias Voltage and Ta on High-temperature Tribological Properties, Tribology Letters, 30,2 (2008) 91-97.
160. Franz, R., Lechthaler, M., Polcik, P., Rebelo de Figueiredo, M. ve Mitterer, C., Tribological Properties of Arc-Evaporated NbAlN Hard Coatings, Tribology Letters, 45,1 (2012) 143-152.
161. Hsieh, J.H., Li, C., Tan, A.L.K., Poh, C.K. ve Tan, N.J., Study of oxidation and Wear Behaviors of (Nb,Cr)N Thin Films Using Raman Spectroscopy, Surface and Coatings Technology, 177–178, (2004) 299-305.
162. Fox-Rabinovich, G.S., Yamamoto, K., Kovalev, A.I., Veldhuis, S.C., Ning, L., Shuster, L.S. ve Elfizy, A., Wear behavior of adaptive nano-multilayered TiAlCrN/NbN coatings under Dry High Performance Machining Conditions, Surface and Coatings Technology, 202,10 (2008) 2015-2022.

ÖZGEÇMİŞ

Levent KARA 1983 yılında Trabzon'un Maçka ilçesinde doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Zonguldak'ta tamamladı. 2002-2003 öğretim döneminde Karadeniz Teknik Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümünü kazandı. 2007 yılında bu bölümden makine mühendisi unvanı ile mezun oldu. Bir süre Türkiye Kömür İşletmelerine ait Garp Linyitleri İşletmesinde makine mühendisi olarak çalışıp, 2008 yılından beri KTU Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde araştırma görevlisi olarak çalışmaktadır. 2007 yılında KTU Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında başladığı yüksek lisans öğrenimini 2009 yılında tamamlayıp, aynı yıl KTU Fen bilimleri Makine Mühendisliği Anabilim Dalında doktora çalışmasına başlamıştır. 2010-2011 yılında Polonya Lublin Teknoloji Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümüne KTU tarafından görevlendirilerek bir yıl öğrenim gördü. Diğer yayınlarının haricinde bu tez kapsamında yayınlanmış bir tane SCI yayını ve bir tane de uluslararası bildirisi vardır. Levent KARA evli ve bir çocuk babasıdır. İyi derecede İngilizce ve orta seviyede Lehçe bilmektedir.