KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALÜRJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

YÜZEYİ İNCE FİLM KAPLANMIŞ 100Cr6 ÇELİĞİNİN ÇEŞİTLİ ORTAMLARDA SÜRTÜNME VE AŞINMA DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Mak. Müh. Levent KARA

AĞUSTOS 2009 TRABZON

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALÜRJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

YÜZEYİ İNCE FİLM KAPLANMIŞ 100Cr6 ÇELİĞİNİN ÇEŞİTLİ ORTAMLARDA SÜRTÜNME VE AŞINMA DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

Mak. Müh. Levent KARA

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Entitüsünce "Yüksek Lisans (Metalürji ve Malzeme Mühendisliği)" Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 31.07.2009Tezin Savunma Tarihi: 20.08.2009

 Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Tevfik KÜÇÜKÖMEROĞLU

 Jüri Üyesi
 : Yrd. Doç. Dr. Hamdullah ÇUVALCI

 Jüri Üyesi
 : Doç. Dr. Emin BACAKSIZ

Enstitü Müdürü: Prof. Dr. Salih TERZİOĞLU

Trabzon 2009

ÖNSÖZ

Havacılık, malzeme, elektronik ve uzay teknolojisindeki gelişmelere paralel olarak geliştirilen birçok makina hem atmosfer ortamında hem de vakum ortamında çalışmaları gerekmektedir. Bu nedenle bu makinelerin her iki ortamda da sergileyecek oldukları sürtünme ve aşınma davranışlarının bilinmesi, tasarımlarında önemli rol oynamaktadır. Ancak aşırı sıcak ve soğuk durumlarda, vakum ortamlarında ve radyasyonlu ortamlarda sıvı yağlayıcılar kendilerinden beklenilen olumlu performansı sergileyememektedirler. Bu nedenle, bu gibi durumlarda sürtünme ve aşınmanın azaltılabilmesi için temas yüzeylerine katı yağlayıcıların kaplanması en önemli önlemlerden biri olarak karşımıza çıkmaktadır.

Bu çalışmada, geleneksel yataklama problemlerinin çözümünde yaygın olarak kullanılan rulmanlı yatak malzemelerinden olan AISI 52100 (100Cr6) çeliğinin yüzeyine molibden disülfit (MoS₂)-Ti kaplanarak bu kaplamanın atmosfer ve vakum ortamındaki sürtünme ve aşınma davranışının incelenmesi amaçlanmıştır. Yukarıda bahsedilen alanlarda bilimsel ve endüstriyel araştırmalara katkıda bulunması beklenmektedir.

Bu çalışma 2006.112.008.1 numaralı Karadeniz Teknik Üniversitesi araştırma projeleri kapsamında desteklenmiştir. Bu çalışmanın gerçekleşmesinde bilgi, tecrübe ve desteğini esirgemeyen danışman hocam Sayın Yrd. Doc. Dr. Tevfik KÜÇÜKÖMEROĞLU'na teşekkürü bir borç bilirim. Çalışmalar süresince önerileriyle katkı sağlayan Doç. Dr. Gencağa PÜRÇEK'e teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca, deney numunelerinin kaplanmasındaki yardımlarında dolayı Sayın Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU'na ve Arş. Gör. A. Fatih YETİM'e teşekkürlerimi sunarım. Erciyes Üniversitesi'den Sayın Prof. Dr. Kemal DANIŞMAN ve Arş. Gör. Soner SAVAŞ'a, Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fizik Bölümünden Sayın Doç. Dr. Ahmet VARİLCİ'ye yardımlarından dolayı teşekkür ederim. KTU Makina Mühendisliği Malzeme ve Takım Tezgâhları Laboratuarı çalışanlarına teşekkür ederim. Çalışmada kullandığım AISI 52100 çelik numunelerini sağlayan Ortadoğu Rulman Sanayisi'nde görevli Turhan SAVAŞ ve Halil AKÇAN'a, EDS analizlerinde, NanoSpek Ltd.Şti.'den Riza ÖZERSAY, Fatih AYCAN ve Jiri Dluhos'a, teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak yaşamım boyunca beni her durumda destekleyen aileme teşekkür ediyorum

Levent KARA Trabzon 2009

İÇİNDEKİLER

	Say	fa No
ÖNSÖZ		III
İÇİNDEKİI	LER	III
ÖZET		V
SUMMARY	Y	VII
ŞEKİLLER	DİZİNİ	. VIII
TABLOLA	R DİZİNİ	XII
SEMBOLL	ER DİZİNİ	XIIII
1.	GENEL BİLGİLER	1
1.1.	Giriş	1
1.2.	Tribolojik Kaplamalar	3
1.3.	Katı Yağlayıcı Malzemeleri Kaplama Yöntemleri	9
1.3.1.	Katı Yağlayıcıların Kaplanmasında Kullanılan Geleneksel Yöntemler	10
1.3.2.	Katı Yağlayıcıların Kaplanmasında Kullanılan Modern Yöntemler	11
1.3.2.1.	Fiziksel Buhar Kaplama Yöntemleri	11
1.3.2.1.1.	Buharlaştırma (Evaporation)	12
1.3.2.1.2.	Sıçratma (Sputtering)	13
1.3.2.1.2.1.	Doğru Akım Diyot Sıçratma	14
1.3.2.1.2.2.	Doğru Akım Triyot Sıçratma	15
1.3.2.1.2.3.	Radyo Frekans Sıçratma	15
1.3.2.1.2.4.	Reaktif Sıçratma Yöntemi	16
1.3.2.1.2.5.	Manyetik Alanda Sıçratma	16
1.3.2.1.2.6.	Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma	17
1.3.2.1.2.7.	Dengesiz Kapalı Alanda Manyetik Sıçratma	18

1.3.2.1.2.8.	Darbeli Manyetik Alanda Sıçratma	20
1.4.	Mos2 ve Mos2 Esaslı Katı Yağlayıcı Kaplamalar	20
1.5.	Çalışmanın Amacı	23
2.	DENEYSEL ÇALIŞMA	25
2.1.	Deneylerde Kullanılan Malzemeler	25
2.2	Kaplama İşlemleri	26
2.3	Sertlik Ölçümleri	28
2.3.1.	Mikro Sertlik	28
2.3.2.	Nano Sertlik	28
2.4.	Yapısal İncelemeler	29
2.5.	Sürtünme ve Aşınma Deneyleri	30
3.	BULGULAR VE TARTIŞMA	33
3.1	Film Kalınlıkları ve Yüzey Morfolojisi	33
3.2.	EDS Analizleri	40
3.3.	XRD Analizleri	45
3.4.	Sertlik Analizleri	48
3.4.1.	Mikrosertlik Analizi	48
3.4.2.	Nano Sertlik Analizi	49
3.5.	Sürtünme ve Aşınma Deneyleri Analizleri	50
4.	SONUÇLAR.	71
5.	KAYNAKLAR	73
ÖZGEÇMİŞ	5	

ÖZET

Sürtünme ve aşınma, özellikle havacılık, uzay, elektronik, kimya, kaplama ve imalat sanayi gibi alanlarda kullanılmakta olan tüm sistemleri olumsuz etkileyen önemli etkenlerdir. Tribolojik uygulamaların çoğunda sürtünme ve aşınma ile ilgili bu güçlükleri aşmak için çeşitli yağlayıcılar kullanılmaktadır. Ancak, aşırı koşullarda (aşırı sıcaklık, ortam basıncı ve yüzey basıncı vb.) ortaya çıkacak olan sürtünme ve aşınmayı kontrol edebilmek için günümüzde temas yüzeylerini katı yağlayıcılar ile kaplanmak en etkili yöntemlerin başında gelmektedir.

MoS₂ düşük kayma gerilmesine sahip olması nedeniyle bu alanlarda yaygın olarak kullanılan bir katı yağlayıcıdır. Ancak, MoS₂ bu özelliğini her türlü ortamda sürdürememektedir. MoS₂'nin düşük kayma gerilmesi değerini söz konusu ortamlarda da sağlayabilmesi kaplamanın yapısına çeşitli elementler katılarak gerçekleştirilebilmektedir.

Bu çalışmada darbeli DC kapalı alan manyetik alanda sıçratma yöntemiyle AISI 52100 taban malzeme üzerine MoS₂-Ti kaplanmıştır. Kaplanan bu filmlerin mekanik, yapısal ve çeşitli ortamlardaki tribolojik özellikleri incelenmiştir. Elde edilen kaplamalarda kristolografik yönlenme, kaplama yapısındaki titanyum oranına bağlı olarak değişmekte olduğu belirlenmiştir. Kaplamaların kalınlığını etkileyen en etkin parametrenin magnetron hedef akımının olduğu ortaya çıkarılmıştır. Yapıya eklenen titanyum oranının artmasıyla genel olarak kaplamaların vakum ortamındaki tribolojik davranışlarını olumsuz yönde etkilediği görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: MoS₂-Ti, Fiziksel Buhar Kaplama, Triboloji, Aşınma, Vakum

SUMMARY

Friction and wear are important factors which negatively affect all the systems in aeronautic, space, electronic, chemistry, coating and manufacturing industry. In many tribological applications, various lubricants are used to overcome the difficulties caused by friction and wear. However, in order to control friction and wear in extreme conditions (high temperatures, high pressure etc.), coating of the contact surface with solid lubricants is one of the most effective techniques used.

 MoS_2 is a solid lubricant commonly used in this area since it has low shear strength. However MoS_2 is not able to show this behavior in any conditions. In order to achieve this, various elements are mixed in coating structure.

In this study, AISI 52100 was coated with MoS_2 -Ti using Pulsed DC Closed-Field unbalanced magnetron sputtering. In addition, mechanical, structural and tribological properties of these coated films were investigated. It was observed that the crystallographic orientation was affected by the amount of titanium in the coated films. Furthermore, it was investigated that the most important factor affecting the thickness of the coated films was the magneton target current. It was seen that the tribological behavior of the coated films in the vacuum conditions was negatively affected by increasing the amount of titanium.

Key Words: MoS₂-Ti, Phsical Vapor Deposition, Tribology, Wear, Vacuum

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sayfa No</u>

Şekil 1.	Lameller arasındaki güçlü elektrostatik bağ ve düşük dispersiyon bağ mekanizmaları (Stachowiak ve Batchelor, 2001)	6
Şekil 2.	Grafit ve molibden disülfitin kristal yapısı (Bhushan, 2000)	7
Şekil 3.	Sıçratma işleminin şematik gösterimi (Tracton, 2006)	14
Şekil 4.	Triyot sıçratma işleminin şematik gösterimi (Tracton, 2006)	15
Şekil 5.	Kapalı alan dengesiz manyetik sıçratma sistemleri; a) Aynalı, b) Kapalı alan (Kelly, 2000)	1 18
Şekil 6.	Geleneksel, dengesiz ve karşılıklı kapalı alan manyetik alanda sıçratma sistemlerinde manyetik çizgilerin ve plazma görünümünün karşılaştırılmaşı (Arnell 1999)	19
Şekil 7.	MoS ₂ 'ün kristal yapısı (Baran, 2007)	21
Şekil 8.	MoS ₂ kaplamalarda Tip I ve Tip II yönelmesi (Arslan, 2004)	22
Şekil 9.	a) Darbeli DC kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma kaplama makinesi, b) Hedeflerin yerleştirilişi ile oluşan manyetik alanın düzeni	26
Şekil 10.	Sertlik ölçüm cihazları, a) Mikro sertlik ölçüm cihazı, b) Nano sertlik ölçüm cihazı	29
Şekil 11.	Taramalı elektron mikroskopları; a) VEGA Easy Probe Taramalı elektron mikroskobu, b) Jeol 6400 Taramalı Elektron Mikroskobu	30
Şekil 12.	Ball on disk esaslı sürtünme ve aşınma deney düzeneği	31
Şekil 13.	Sürtünme Aşınma Deney Düzeneğinin Ayrıntılı görünümü	31
Şekil 14.	R1, R2, R3, R4, R5 ve R6 numaralı deney numunelerinin kaplama kalınlıkları.	34
Şekil 15.	R7 R8 ve R9 numaralı deney numunelerinin kaplama kalınlıkları	35
Şekil 16.	R1 ve R2 numaralı numunelerdeki tipik gözenekli yapılar	35
Şekil 17.	R1numaralı numunenin AFM görünümü	36
Şekil 18.	R2 numaralı numunenin AFM görünümü	36
Şekil 19.	R3 numaralı numunenin AFM görünümü	37
Şekil 20.	R4 numaralı numunenin AFM görünümü.	37
Şekil 21.	R5 numaralı numunenin AFM görünümü	38

Şekil 22.	R6 numaralı numunenin AFM görünümü	38
Şekil 23.	R7 numaralı numunenin AFM görünümü	39
Şekil 24.	R8 numaralı numunenin AFM görünümü	39
Şekil 25.	R9 numaralı numunenin AFM görünümü	40
Şekil 26.	R1 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu	41
Şekil 27.	R2 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu	41
Şekil 28.	R3 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu	42
Şekil 29.	R4 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu	42
Şekil 30.	R5 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu	43
Şekil 31.	R6 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu	43
Şekil 32.	R7 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu	44
Şekil 33.	R8 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu	44
Şekil 34.	R9 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu	45
Şekil 35.	MoS2-Ti kaplamaların X-ışını difraksiyonu grafiği	46
Şekil 36.	Titanyum oranına göre X-ışını difraksiyonu grafiği	47
Şekil 37.	Titanyum oranına göre elde edilen sertlik ve elastisite modülü değerleri	50
Şekil 38.	Atmosfer, 5x10 ⁻³ mbar ve 8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamlarında elde edilen ortalama sürtünme katsayıları grafiği	51
Şekil 39.	Atmosfer, 5x10 ⁻³ mbar ve 8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamlarında gerçekleştirilen deneylerden titanyum oranına göre elde edilen aşınma izi kesit alanı grafiği.	51
Şekil 40.	Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen sürtünme katsayısı grafiği	53
Şekil 41.	Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R1 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	54
Şekil 42.	Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R2 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	54
Şekil 43.	Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R3 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	55
Şekil 44.	Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R4 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	55

Şekil 45.	Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R5 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	56
Şekil 46.	Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R6 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	56
Şekil 47.	Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R7 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	57
Şekil 48.	Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R8 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	57
Şekil 49.	Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R9 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	58
Şekil 50.	5x10 ⁻³ mbar vakum ortamında elde edilen sürtünme katsayısı grafiği	59
Şekil 51.	5x10 ⁻³ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R1 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	60
Şekil 52.	5x10 ⁻³ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R2 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	60
Şekil 53.	5x10 ⁻³ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R3 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	61
Şekil 54. 5	x10 ⁻³ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R4 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	61
Şekil 55.	5x10 ⁻³ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R5 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	62
Şekil 56.	5x10 ⁻³ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R6 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	62
Şekil 57.	5x10 ⁻³ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R7 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	63
Şekil 58.	5x10 ⁻³ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R8 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	63
Şekil 59.	5x10 ⁻³ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R9 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	64
Şekil 60.	8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamında elde edilen sürtünme katsayıları grafiği	65
Şekil 61.	8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R1 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	66
Şekil 62.	8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R2 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	66
Şekil 63.	8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R3 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	67
Şekil 64.	8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R4 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	67
Şekil 65.	8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R5 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	68

Şekil 66.	8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R6 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	68
Şekil 67.	8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R7 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	69
Şekil 68.	8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R8 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	69
Şekil 69.	8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R9 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü	70

TABLOLAR DİZİNİ

<u>Sayfa No</u>

Tablo 1.	Katı yağlayıcılar ile sıvı ve gres yağlayıcıların karşılaştırılması	4
Tablo 2.	En Genel Sert ve yumuşak kaplamalar.	4
Tablo 3.	AISI 52100 çeliğinin kimyasal bileşim analiz sonuçları	. 25
Tablo 4.	Darbeli-DC İçin Değişken Olarak Seçilen Parametreler ve Seviyeleri	. 27
Tablo 5.	Taguchi Tekniğine göre belirlenen L ₉ (3 ⁴) Deney Planı	. 27
Tablo 6.	CFUBMS prosesinde her bir deney için Darbeli-DC durumunda kullanılan çalışma koşulları	. 28
Tablo 7.	Sürtünme ve aşınma deneyleri parametreleri	. 32
Tablo 8.	MoS ₂ -Ti kaplamaların atomsal S/Mo olarak oranı	. 45
Tablo 9.	Mikro sertlik sonuçları	. 48
Tablo 10.	Nano sertlik ölçümlerinden elde edilen nano sertlik ve elastisite modülü değerleri	. 49
Tablo 11.	Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerde elde edilen ortalama sürtünme katsayıları	. 58
Tablo 12.	5x10 ⁻³ mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen ortalama sürtünme katsayıları	. 64
Tablo 13.	8x10 ⁻⁶ mbar vakum ortamında elde edilen ortalama sürtünme katsayıları	. 70

SEMBOLLER DİZİNİ

Α	Amper, Akım Birimi		
AFM	Atomic Force Microscopy- Atomik Kuvvet Mikroskobu		
At	Atomca		
CFUBMS	Closed Field Unbalanced Magnetron Sputtering- Kapalı Alan Dengesiz		
	Manyetik Alanda Sıçratma		
CVD	Chemical Vapor Deposition- Kimyasal Buhar Kaplama		
DC	Direct Current- Doğru Akım		
EDS	Energy Dispersive Spectrometry- Enerji Dağılım Spektrometre		
FBK	Fiziksel Buhar Kaplama		
JXPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards		
PVD	Physical Vapor Deposition- Fiziksel Buhar Kaplama		
RF	Radyo Frekans		
SEM	Scanning Electron Microscopy- Taramalı Elektron Mikroskop		
V	Volt, Gerilim Birimi		
XRD	X Ray Diffractometter, X Işını Kırınım Ölçer		
Wt.	Weight, Ağırlıkça		
R _a	Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü		
μ	Sürtünme Katsayısı		
t	Film kalınlığı		
μs	Mikro saniye, Görev süresi Birimi		
mbar	Mili bar Basınç Birimi		
MHz	Mega Hertz		

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Triboloji, tarihin başlangıcından günümüze var olan, insanların bu alanda pek çok araştırmalar yapmış olduğu ve birçok bilim dalıyla doğrudan ya da dolaylı olarak ilişki içerisinde olduğu disiplinler arası bir bilim dalıdır. Triboloji aynı zamanda evimizdeki en basit araçtan en gelişmiş uzay araçlarına kadar değişen çeşitli alanlardaki en sıradan ve en modern teknik aletlerin çalışma performanslarını etkileyen en önemli etkenlerden olan sürtünme ve aşınma davranışlarını inceleyen bilim alanıdır. Yapılan istatistiki calısmalarda, günümüzde, Dünya'da kullanılan enerji kaynaklarının yaklaşık ücte birinin birbirleriyle etkileşim halindeki makine elemanları arasında oluşan sürtünmeyi karşılamak için harcandığı tahmin edilmektedir (Stachowiak ve Batchelor, 2001). Makinelerinin arızaları üzerinde yapılan çeşitli analizlerde, eş çalışan parçaların statik durumları ve 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, araçları daha verimli çalışacak şekilde geliştirilmesi, malzeme kaynaklarının korunması, harcanacak enerjideki tasarrufu ve güvenliliğin artırılması için endüstriyel alanlarda sürtünme ve aşınmanın kontrol edilmesi hususunda her geçen gün artan bir ihtiyaç söz konusudur. Triboloji çok büyük bir ekonomik öneme sahip problemler olan emniyet, bakım onarım ve evdeki uygulamalardan uzay araçlarına kadar değişen çeşitli alanlardaki teknik aletlerin aşınmasını nedenlerini analiz eden bir bilim alanıdır. İnsanların yapmış oldukları her alet aşınmaktadır ve bu genellikle yüzeyler arasında meydana gelen izafi hareketten kaynaklanmaktadır. Yani problemlerin büyük bir çoğunluğunun sebebi tribolojiktir.

Geçmişten günümüze bu ihtiyaçlara; tasarımda yapılan değişikler, yeni malzemeler üreterek, üretim yöntemlerinde bir takım değişiklikler yaparak ve çeşitli yağlama teknikleri kullanılarak cevap verilmeye çalışılmıştır. Bu durumla ilgili ilk çağlardaki insanların; günlük yaşantılarının değişik alanlarında karşılaşmış oldukları tribolojik problemler için geliştirdikleri çözüm yollarını anlatan pek çok kaynaklar günümüzde mevcuttur. Bu hususta tekerleğin icadı, Mısır Piramitlerinin taşınmasında kullanılan sistemler örnek olarak verilebilirler (Halling, 1989). Bununla beraber triboloji alanında yapılmakta olunan bilimsel araştırmalara temel olan çalışmalar ancak 15. Yüzyılın sonlarına doğru Leonardo da Vinci ve daha sonraları Amonton tarafından yapıldığı düşünülmektedir. (Stachowiak ve Batchelor, 2001). Yinede, sürtünme ve aşınmanın anlaşılması yani bu kavramların altlarında yatan temel mekanizmaların açıklanması hususu günümüzde hala çoğu alanda gizemini korumaktadır. Bu kavramlar ancak son zamanlarda ileri düzeydeki inceleme cihazlarının geliştirilmeleriyle daha iyi anlaşılmaya başlanmıştır.

Genel olarak triboloji, izafi hareket halinde bulunan ve bir biriyle etkileşim halindeki yüzeylerin sürtünme, aşınma ve yağlama gibi özellikleri üzerine yoğunlaşan bir bilim alanı olarak tanımlanmaktadır. Bu tanım, 1967 yılında ekonomik yardımlaşma ve gelişme için toplanan organizasyondaki bir komite tarafından kullanılmış olup bilimsel bir çok topluluk tarafından da benimsenmiştir (Stachowiak ve Batchelor, 2001).

Aşınma; tribolojik reaksiyonlar sonucunda temas halindeki malzeme yüzeylerinde meydana gelen istenilmeyen malzeme kayıplarıdır. Aşınma malzeme kaybının artmasına ve mekanik performansın azalmasına neden olan büyük bir etkendir. Sürtünme ise izafi hareket halindeki yüzeylerin bir birlerinin 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. Geleneksel olarak bir biriyle izafi hareket halinde çalışan makine elemanlarında sürtünme ve aşınmayı azaltmak için ara yüzeylerinde sıvı yağlayıcılar kullanılır. Ancak sıvı yağlayıcıların kullanılması çoğu zaman şartların ağırlaştığı uygulamalarda örneğin çok yüksek ya da çok düşük sıcaklıklarda, vakum ortamlarında, radyasyonun olduğu ortamlarda ya da çok yüksek temas basıncının olduğu durumlarda çevresel sebepler, yağın temas bölgesinde tutulmasındaki ve dolaşımındaki problemler, kirlenme ve bozulma gibi nedenlerden dolayı istenmez. Bu gibi durumlarda mekanik ya da elektronik aletlerin sürtünme, aşınma, ömürlerini ve verimliliklerini artırmak için malzemelerin yüzey özelliklerinin çeşitli yüzey ve kaplama işlemleriyle değiştirilmesini olanak sağlayan kaplamaların kullanılması alternatif bir yöntem olarak karşımıza çıkmaktadır (Erdemir, 2003; Holmberg, 2007; Hu, 2009).

1.2. Tribolojik Kaplamalar

Günümüzde bilim dünyasında ve sanayide, birbirleriyle eş çalışan parça yüzeylerinin MoS₂, WS₂ ve DLC gibi çeşitli malzemelerle kaplamaların uygulanmasıyla alakalı araştırma ve geliştirme çalışmaları her geçen gün artmaktadır. Bu çalışmalarda ana malzeme çok büyük bir değişikliklere maruz bırakılmadan istenilen amaçlara uygun olacak şekilde malzeme yüzeylerinin hazırlanması amaçlanmaktadır. Özellikle vakum teknolojisindeki gelişmelere paralel olarak daha yüksek adhezyona sahip kaplamaların üretilmesine, kaplama esnasında pek çok parametrenin kontrol edilebilmesine olanak sağlamaktadır. Yapılan bu çalışmalar, yüzey mühendisliği adı verilen yeni bir bilim dalının gelişmesine de neden olmuştur. Tribolojik uygulamalarda katı yağlayıcıları geleneksel olarak sanayide kullanılan sıvı ve gres yağlayıcılara göre öne çıkaran bazı avantajları mevcuttur. Söz konusu bu avantajlar Tablo 1'de verilmiştir (Erdemir, 2001).

Katı yağlayıcılar sahip oldukları fiziksel, kimyasal, yapısal ve mekanik özelliklerine göre pek çok kategoride incelenebilmektedirler. Ancak hem basit olması hem de bilimsel çevreler tarafından yaygın olarak kabul görmesi nedeniyle katı yağlayıcıları yumuşak (sertliği 10 GPa dan daha az olan) ve sert (sertliği 10 GPa dan daha fazla olan) kaplamalar diye iki kategoride incelenilmektedir (Erdemir, 2003). İfade edilen sert ve yumuşak kaplamalara bazı örnekler Tablo 2'de verilmektedir.

Ortam şartları	Katı Yağlayıcılar	Sıvı ve Gres Yağlayıcılar
Vakum	Bazı katı yağlayıcılar (geçiş- metal dihalkojenitler) vakum ortamında iyi yağlayıcı özelliğe sahiptir.	Çoğu sıvılar buharlaşır, fakat perfluoropolyalkylethers (PFPE) ve polyLFolefins (PAO) iyi dayanıklılığa sahiptir.
Basınç	Yüksek basınçlara dayanabilirler.	Çok yüksek basınçlara katkı maddeleri olmaksızın çıkamayabilirler.
Sıcaklık	İzafi olarak duyarsızdırlar; çok yüksek ve çok düşük sıcaklarda çalışabilirler.	Düşük sıcaklıklarda katılaşabilirler (vizkositesi değişir) ya da yüksek sıcaklıklarda oksitlenirler.
Elektrik iletkenliği	Bazıları çok iyi elektrik iletkenliğine sahiptirler.	Çoğunlukla yalıtkandırlar.
Radyasyon	İzafi olarak nükleer radyasyona duyarsızdır.	Zamanla bozulup bileşenlerine ayrılabilirler.
Aşınma	Düşük hızlarda düşük aşınma performansı gösterir. Aşınma ömrünü genellikle film kalınlığı belirler.	Düşük hızlarda düşük aşınma performansı gösterir.
Sürtünme	Düşük sürtünme katsayıları gerçekleşebilir.	Viskoziteye, sınır filmlere ve sıcaklığa bağlıdır.
Isı iletkenliği ve ısı kaybı	Metalik yağlayıcılar için çok iyi, çoğu inorganik ya da katmanlı katılar için zayıftır.	İyi
Depolanma	Uzun zaman depolanabilirler.	Zamanla bazı bileşenleri uçabilir ya da bozulabilir.
Hijyen	Çevre açısından daha az zararlıdırlar.	Zararlı madde yayabilirler. Çevreye sızabilir ve çevreyi kirletebilirler.
Suya ve kimyasal olarak aktif ortama direnç	İzafi olarak sulu ortam, kimyasal çözücüler, yakıtlar, asit ve bazlara duvarsızdırlar.	Asit ya da diğer etkenlerle değişebilir, bozulabilirler.

Tablo 1. Katı yağlayıcılar ile sıvı ve gres yağlayıcıların karşılaştırılması (Bhushan, 2000).

Tablo 2. En Genel Sert ve yumuşak kaplamalar.

Sert katı yağlayıcı kaplamalar	Yumuşak katı yağlayıcı Kaplamalar
Nitritler: TiN, CrN, ZrN, BN	Yumuşak metaller: Ag, Pb, Au
Karbitler: TiC, WC, CrC	Lamelli katılar: MoS ₂ , WS ₂ , Grafit
Oksitler: Al ₂ O ₃ , Cr ₂ O ₃ TiO ₂	Polimerler: PTFE, PE
Boritler: TiB ₂	
Elmas ve DLC: a-C, ta-C, a-C:H, ta-C:H, CN _x	

Bir katı yağlayıcının uygulanacağı yüzeyde sergileyecek olduğu sürtünme davranışı katı yağlayıcı malzemelerin ilgili yüzeye kaplanmasında kullanılan yönteme, sahip olduğu mikro yapıya, çalıştırıldıkları servis şartlarına ve ortamlara bağlıdır. (Halling, 1989; Roberts, 1989; Baran, 2007). Çünkü çok güçlü bir yağlayıcı bile eğer uygun olmayan bir kaplama yöntemiyle yüzeye kaplandıysa çok kısa bir sürede bozunmaya uğrayıp taban malzeme yüzeyinden kolaylıkla ayrılacaktır. Bu nedenle katı yağlayıcı kaplamaların sahip olması gereken bazı özellikler vardır. Bu özelliklerden biri kayma direnci düşük olması gerektiğidir. Ancak düşük kayma direncine sahip katı yağlayıcı, eğer taban malzeme yüzeyine çok iyi bir şekilde yapışmamışsa verimli bir yağlayıcılık özelliği sergileyemez. Katı yağlayıcıların yüzeye çok iyi bir şekilde yapışmasının önemini ilk olarak 1954 yılında Peterson ve Johnson vurgulamıştır (Peterson ve Johnson, 1954). Diğer önemli özellik ise düşük abrazivite özelliğidir. Bu özellik katı yağlayıcının sertliğinin, taban malzemeye olan oranının bir fonksiyonudur. Bununla beraber katı yağlayıcı, kullanıldığı ortamda termodinamik olarak kararlı olmalıdır. Bu son özellik özellikle yüksek sıcaklık uygulamaları için önemlidir (Spalvins 1991, Sliney, 1991).

Katı yağlayıcılar aynı zamanda kendi içlerinde lamelli ya da lamelli olmayan katı yağlayıcılar olarak ikiye ayrılır. Sıvı ya da gaz yağlayıcıların yokluğunda birbiriyle eş çalışan yüzeylerde dikkate değer bir metal-metal teması meydana gelir. Temas halindeki bu yüzeylerde oluşan sıkı adhezyon yüksek sürtünme katsayılarını meydana getirir. Çünkü çoğu malzemelerin kristolografik yapılarının kayma düzlemleri bağlandıkları yüzeye dik olmaları durumunda, temas yüzeyine paralel doğrultudaki kaymaya karşı büyük miktarda direnç gösterirler. Ancak bazı malzemeler anizotropik mekanik özellikler sergilerler. Bu anizotropi, özellikle lamelli yapıya sahip olan katıların tipik karakteristik özeliğidir. Eğer bu lameller birbirinin üzerinde düşük kayma gerilmeleriyle kayabiliyorlarsa, o zaman bu malzemeler katı yağlayıcı olarak adlandırılırlar. Bazı lamelli olmayan katılar da, örneğin gümüş gibi, aşınan yüzeylere ince film olarak kaplandıklarında sürtünme ve aşınmayı azaltabilirler. Bu nedenle katı yağlayıcılardaki ikinci mekanizma olarak bilinen, yumuşak metallerin sert yüzeylere film olarak kaplanması Bowden ve Tabor tarafından önerilmiştir (Bowden ve Tabor, 1954).

Her lamelli yapı düşük kayma gerilmesi yeteneğine sahip değildir. Mika (mica) ve talk (talc) kristolografik ve kimyasal olarak çok benzer olmalarına rağmen, lameller arasında adhezyon seviyeleri açısından büyük bir farklılık sergilerler. Örneğin mika şeritleri çok yüksek bir adhezyon kuvveti gösterip şeritler arasında sürekli kaymayı engellerler. Ölçülen sürtünme katsayısı değerlerinin çok yüksek değerlerde olduğu görülmüştür. Talk'ta ise durum tam tersidir. Bu çelişkinin nedeninin mika lamelleri ve talk lamelleri arasındaki bağ kuvvetlerinden kaynaklanmaktadır. Bu durum şöyle açıklanabilir. Mika, parça yüzeyine kaplandığı (bağlandığı) zaman pozitif potasyum iyonları ve negatif oksijen iyonları ortada kalır. İki mika yüzeyi birbiriyle temas ettiğinde karşılıklı oksijen ve potasyum iyonları arasında güçlü bir elektrostatik çekim oluşur. Bu durum talkta olmadığı için yani talktaki lameller arasında sadece zayıf Van der Waals bağı olduğundan bu fark gerçekleşmektedir. Bağ kuvvetleri arasındaki bu farklılık Şekil 3'te şematik olarak gösterilmektedir (Stachowiak ve Batchelor, 2001).



Şekil 1. Lameller arasındaki güçlü elektrostatik bağ ve düşük dispersiyon bağ mekanizmaları (Stachowiak ve Batchelor, 2001)

Lameller arasında düşük adhezyon istenmesine rağmen, lamellerin taban malzeme yüzeyine çok iyi bir şekilde yapışması istenilmektedir. Grafit, molibden disülfit ve talkın çelik yüzeylere toz olarak uygulanması durumundaki sürtünme davranışları, gerekli olan lamelli kristal yapıya sahip olmalarına rağmen birbirlerine göre oldukça farklıdır. Aynı koşullarda incelendiklerinde; molibden disülfit ve grafit oda sıcaklığından 400°C sıcaklıklara kadar 0.1-0.3 arasında düşük sürtünme katsayısı sergilerken, talk 200°C sıcaklıklarına kadar 0.9-1 arasında yüksek sürtünme katsayısı değerleri gösterir. Kayma sonrasında aşınan yüzeylerde grafit ve molibden disülfit transfer tabakaları bulunması tribolojik uygulamalar için istenen bir durumdur. Talk'ta ise ihmal edilebilir bir transferin olduğu gözlenmiştir. Katı yağlayıcı ve aşınan yüzey arasındaki bağlanma mekanizması atomik ölçekte henüz kapsamlı bir şekilde incelenmemiştir. Çelik yüzeylerin olduğu

durumlarda, molibden disülfitteki sülfür iyonları çelik yüzeydeki demir ile kuvvetli bağlarla bağlandığı düşünülmektedir. Molibden disülfitin yağlayıcı etkisini öne çıkaran bu bağlanma etkisi, çeliklerle ya da diğer reaktiflerle sınırlı olmayıp, başka bir çok malzemede de görülebilmektedir. Örneğin, molibden disülfit platin gibi inert metallerle de yağlayıcı bir etki göstermektedir. Grafitin yüzeye bağlanmasındaki mekanizmalar ise günümüzde tam olarak belirgin şekilde açıklanamamıştır (Stachowiak ve Batchelor, 2001; Bhushan, 2000).

Katı yağlayıcıların yağlayıcılık özellikleri üzerine kimyasal ve çevresel kısıtlamalar da mevcuttur. Çünkü bu yağlayıcılar aşırı şartlarda da çalışabilmeleri gereklidir. Ana problemler oksitlenme ya da yüksek sıcaklıklarda ayrışma ve su bulaşmasıdır.





Şekil 2. Grafit ve molibden disülfitin kristal yapısı (Bhushan, 2000)

Şekil 2'den görüldüğü gibi her iki malzemede komşu atomlar arasında güçlü kimyasal bağlar varken, bu düzlemlere dik olan doğrultulardaki atomlarla aralarındaki bağ diğerlerine nazaran daha zayıf bağlıdırlar. Bu bağlardaki anizotropi grafite nazaran molibden diülfitte daha belirgindir. Grafitte klivaj düzlemi boyunca yüzey enerjisi yüksektir ve bu düzlemler arasında kayma küçük miktarda oksijen ve suyun bulunmasıyla sağlanır. Burada oksijen ve su grafit lamellerinin üzerinde emilir ve lameller arasında bağlanmayı azalttığı düşünülmektedir.

Molibden disülfit katmanları tamamıyla elastiktir ve herhangi bir hasara uğramadan birbirleri üzerinde tekrarlı olarak kayabilirler. Tekrarlı kaymalar altında molibden disülfit filmlerin aşınan yüzeyler üzerinde önemli mesafelerde hareket edebildiği bulunmuştur. Grafit ve molibden disülfittin yağlama mekanizmasının bitişik katmanların izafi olarak serbest hareket etmesi sonucunda oluştuğuna inanılmaktadır (Stachowiak ve Batchelor, 2001).

Atmosfer şartlarında çelik üzerine kaplanmış olan grafit ve molibden disülfitin performansları açısından bazı açık farkların olduğu gözlenmektedir. Genelde grafit filmler düsük yüklerde hasara uğrarlar ve molibden disülfit filmlerden daha az çalışma ömrü sergilerler. Molibden disülfitin sürtünme katsayısının artan yükle beraber azaldığı ifade eden pek çok yayın mevcuttur (Renevier, 2001; Fox, 1999; Rigato, 2000). Kayma hızının sürtünme katsayısı üzerinde herhangi bir etkisinin görülmemesine rağmen, katı film ömürleri kayma hızının artmasıyla beraber azalmaktadır (Stachowiak ve Batchelor, 2001). Katı yağlayıcıların kendilerinden beklenen özellikleri yerine getirmesinde çevresel etkenler olumsuz etkilerde bulunabilirler. Örneğin grafit atmosfer ortamında 500°C tan daha yüksek sıcaklıklarda hızlı oksitlenmeden dolayı fonksiyonunu yerine getiremez. Oksitlenme grafitte olduğu gibi molibden disülfitte de yüksek sürtünme katsayılarına neden olabilir. Ortamda havanın olmaması grafitin performansı üzerinde olumsuz etkileri vardır. Örneğin grafitin sürtünme katsayısı vakum ortamında, sıcaklığın 800°C den düşük olduğu durumlarda yaklaşık olarak 0.4 değerindedir. Bu değer atmosfer ortamında ölçülen değerden daha yüksektir. Ancak molibden disülfite baktığımızda, havanın olmadığı durumlarda çok düşük sürtünme katsayısı değerlerine sahiptir. Bu durum molibden disülfiti uzay araçları için vazgeçilmez katı yağlayıcı yapmaktadır. Aşınma oranı ya da sürtünme katsayısı gibi özellikler bu parametrelerin bilinmemesi durumunda tam olarak yorumlanamaz. Kullanılan katı yağlayıcının cinsine bağlı olarak bu parametrelerin bir tanesinin değişmesi sonucunda katı yağlayıcının sürtünme ve aşınma özelliklerinde de önemli değişiklikler meydana gelmektedirler ve düşük sürtünme düşük aşınma miktarıyla ilişkili olmak zorunda değildir. Burada diğer bir hususta kullanılacak olunan taban malzeme ve kaplama cinsinin uyumudur.

Kayma gerilmesi katıların yağlayıcı olarak kullanılacağı durumlarda önemli bir parametredir. Yağlamada meydana gelen yoğun temaslar yüksek gerilmeler içerir, böylece genel olarak sert metaller katı yağlayıcılarla kaplandıklarında düşük aşınma ve uzun dayanım ömrü sergilerler. Bu duruma örnek olarak havacılık ve uzay uygulamalarında başarılı bir şekilde kullanılan AISI 440C (60 Rockwell-C) çeliği verilebilir. Makine elamanlarının kayma ya da dönme geometrisi de temas gerilmesini etkileyebilirler. Eğer gerilmeler çok yüksek iseler, katı yağlayıcı çatlayabilir ya da plastik olarak temas alanından dışarıya çıkabilir ve yağlama ömrü kısalır. Amaç, temas bölgesi içerisinde kolay kaymayı sağlamak için film üretilmek olduğundan genel olarak katı yağlayıcı filmler her iki yüzeye uygulanmamalıdır. Eğer her iki yüzey aynı film ile kaplanırsa, yüksek adhezyona sahip olmaya bir yönelim ve yüzeyler arasında ileri geri büyük transfer ve böylece yüksek film aşınması meydana gelebilir. Bir yüzeye film uygulanmasıyla, kaplanmamış yüzey kademeli olarak katı yağlayıcı üzerinde tercihi bir ince film yönelmesi olacak ve bu yönlenmiş ince film katman kaplanmamış yüzeye transfer olarak düşük aşınma ve sürtünme sağlamış olacaktır. Katı yağlayıcı filmin doğru yüzeye uygulanması çok önemlidir. Bu kayan yüzeylere en fazla miktarda yağlayıcı sağlayacaktır. Örneğin, katı yağlayıcı filmin silindir duvara kaplanması piston segmanına kaplanmasından daha iyidir.

Sürtünme kayma süreci esnasında ısı üretir, bu nedenle sıcaklık ve kayma hızı genelde birlikte artarlar. Yani ne kadar hız artarsa, sıcaklıkta o kadar artar. Bazen yüksek sıcaklıklar katı yağlayıcı filmlerin performansları açısından yararlı olabilirler, ancak çoğu durumlarda yüksek sıcaklıklar katı yağlayıcı filmin ömrünü azaltırlar. Kural olarak sürtünme, aşınma ve dayanım yüksek oranda sıcaklığa bağlıdırlar, bu nedenle bu faktör mutlaka kontrol edilmelidir. Sıcaklık hızdan etkilendiğinden, eğer çok yüksek hız değerlerine çıkılırsa, film plastik olarak akmak yerine gevrek olarak çatlayabilir. Katı yağlayıcının maruz kaldığı ortam, yağlayıcı filmin tribolojik özelliklerini dikkate değer bir şekilde etkileyebilir. Havanın bağıl nemi, inert atmosferler örneğin argon ya da vakum yağlayıcı kaplama üzerinde önemli etkilere sahiplerdir. Çoğu katı yağlayıcı sıvı ortamlarda çok iyi çalışmazlar. Çok küçük miktarlardaki bir yağın dökülmesi kaplamanın tribolojik özellikleri üzerinde olumsuz etkilere neden olabilir. Toz ve kirden temizlikte ayrıca çok önemlidir (Fusara, 1991).

1.3. Katı Yağlayıcı Malzemeleri Kaplama Yöntemleri

Katı yağlayıcı filmlerin dayanıklılığı kaplanan yüzeye uygulama yöntemlerine bağlıdır. Katı yağlayıcı film ile taban malzeme arasındaki adhezyon kaplamanın uzun

ömürlü olmasını belirleyen parametrelerin başında gelmektedir. Katı yağlayıcıların yüzeye kaplanması yöntemlerini iki kategoride inceleyebiliriz.

• Katı yağlayıcının spreyle ya da boyamayla yüzeye kaplanmasını sağlayan geleneksel yöntemler.

• Diğeri ise günümüzde üzerinde yoğun araştırmaların yapılmakta olduğu vakum ortamında kimyasal ya da fiziksel kaplama yöntemleri.

Bu iki kategorideki kaplama yöntemlerinin her ikisinin de avantaj ve dezavantajları vardır. Örneğin, geleneksel yöntemlerle katı yağlayıcıların yüzeye kaplanması daha kolay ve gerekli olan donanımlar çok karmaşık değillerdir. Modern yöntemlerde ise daha özel donanımlara ihtiyaç vardır ancak, taban malzemeye daha iyi yapışma ve yağlama performansı sağlamalarının yanında klasik yöntemlerle gerçekleştirilmesi güç olan kaplamaların yapılabilmesine imkân verirler.

1.3.1. Katı Yağlayıcıların Kaplanmasında Kullanılan Geleneksel Yöntemler

Katı yağlayıcıların yüzeylere kaplanmasında kullanılan yaygın bir yöntem boyama ya da sprey yöntemidir. Burada katı yağlayıcıyla bağlayıcı (binder) karıştırılarak yüzeye spreyle uygulanır. Burada bağlayıcı fırında ısıtıldıktan sonra havaya maruz bırakıldığında sertleşen, yüzeye katı yağlayıcının yapışmasını sağlayan bir maddedir. Bağlayıcılara acrylic ve alkyd reçineleri örnek olarak verilebilir. Bu yöntemde kaplamanın performansı ve dayanıklılığı açısından bağlayıcıların seçilmesi ve kaplama kalınlığı büyük öneme sahiptirler.

Diğer bir yöntem ise malzemelerin sürtünmeyle transferine dayanan tekniktir. Katı yağlayıcı silindiri ya da çubuğu aşınma izi ile aynı yerde bulundurulur. Yağlayıcı çubuk transfer film oluşturmak için aşındırılır. Bu yöntem pek çok katı yağlayıcı ve aşınma yüzeyleri için uygun bir tekniktir. Örneğin yumuşak alaşımlı bir metal olan kurşun ve kalay bu yöntemle çelik üzerine kaplanarak vakum ortamlarında etkili bir şekilde kullanılmaktadır. Genel olarak uydular 400°C sıcaklıklara kadar bu yöntemle yağlanmaktadır.

1.3.2. Katı Yağlayıcıların Kaplanmasında Kullanılan Modern Yöntemler

Uzay teknolojilerindeki katı yağlayıcılara ihtiyaçların artması ve kaplamaların performanslarının artırılması düşüncesiyle son yıllarda pek çok vakum esaslı katı yağlayıcı kaplama teknikleri geliştirilmiştir. Günümüzde de bu teknikler endüstrinin pek çok dallarında da kabul görmektedir. Kaplama işlemlerini vakum ortamında gerçekleştirmek hava ortamında göre pek çok avantajlara sahiptir. Bunlar elde edilen kaplamanın istenilen kimyasal orana daha yakın olması, atmosfer koşullarındaki nem ve tozdan arındırılma ve kaplamanın daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilmesi örnek olarak verilebilir. Kaplama yöntemlerini temel olarak fiziksel buhar kaplama (Physical Vapor Depositon) ve kimyasal buhar kaplama (Chemical Vapor Deposition) şeklinde iki gruba ayırabiliriz. Her iki yöntem kendi içerisinde pek çok dallara ayrılmaktadır. Ancak bu çalışmada kullanılan kaplama yönteminden dolayı fiziksel buhar çöktürme yöntemleri üzerinde durulacaktır.

1.3.2.1. Fiziksel Buhar Kaplama Yöntemleri

Fiziksel buhar kaplama (FBK) yöntemleri katı ya da sıvı kaynak durumundaki malzemelerin, atom ya da moleküler halde buharlaştırılarak vakum ya da düşük basınçlı gaz ortamlarında iş parçası üzerine yoğunlaştırılmasını içeren bir atomik kaplama yöntemleridir (Mattox, 1998). Diğer bir ifade ile fiziksel buhar kaplama yöntemi, kaplamak için üretilen buhar akısının fiziksel yöntemlerle oluşturulduğu ve kaplama işlemlerinin vakum ortamında gerçekleştirildiği bir yöntemlerdir (Bull, 2006).

En eski FBK 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 ve çoğunlukla sıçratma yöntemiyle imal edilen kaplamalar 1930'lu yıllara kadar ayna yapmak için kullanılmıştır. 1920'li yıllarda difüzyon pompasının geliştirilmesi kaplama odasının vakum buharlaşmayı kontrol edebilmek için yeterince düşük seviyelerdeki basınç değerlerine düşürülmesine olanak sağlayarak kaplama teknolojisinin geliştirilmesinde önemli katkılar sağlamıştır. Günümüzde hala basit vakum buharlaştırma yöntemiyle kaplamalar üretilmektedirler.

Günümüzde FBK yöntemleriyle üretilen tribolojik kaplamaları üç grupta toplayabiliriz (Mattox, 1998; Tracton, 2006; Rossnagel vd., 1990).

- 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 üretilebilmelerini sağlayabilmek için optimize edilmeleri gerekmektedir (Bull, 2006). FBK yöntemlerinde kaplamalar atom ölçeğinde kaplanırlar. Bu durumu gerçekleştirmek için dört önemli kademe vardır (Mattox, 1998):

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

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

1.3.2.1.1. Buharlaştırma (Evaporation)

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 biriktirilmesini içeren bir yöntemdir. Bu yöntemde yüksek ısı girişi olmadan makul değerde 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 ışınıyla ısıtma, ark ısıtması ve plazma ısıtma örnek olarak verilebilir. Buharlaştırmayla metal kaplama üretme oranı bazı durumlarda dakikada 100 mikrometre değerlerinde olabilmesi bu yöntemi diğer yöntemlerle yarışabilir bir konuma getirmiştir.

FBK yöntemleri dekoratif uygulamalardan yüksek sıcaklıklardaki süper iletken filmlere kadar pek çok alanda kullanılmaktadır. Pek çok sayıda organik malzeme kadar

inorganik malzemelerde FBK yöntemleriyle kaplanabilmektedir. Burada buharlaştırma ve sıçratma terimleri buhar fazına geçen kaplama malzemelerinde meydana gelen mekanizmaları ifade etmek için 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 (Wasa, 2003; Mattox, 1998).

1.3.2.1.2. Sıçratma (Sputtering)

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 içersinde 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 (Wasa, 2003).

Temel olarak sıçratma (sputtering) momentum transferini esas alan bir yöntemdir. 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, bu durum, sıçratma yönteminde kaplama malzemesinin momentum transferiyle taban malzemeye kaplanmasından dolayı meydana gelmez. Bu durum sıçratma yönteminin neden çok yaygın bir şekilde kullanıldığının gösteren nedenlerin başında gelmektedir (Ohring, 1992). Sıçratma işleminde gelen parçacıklar genelde iyondur. Bunun nedeni iyonların uygulanan elektrik potansiyeliyle daha fazla ivmelendirilebilmeleridir. Sıçratma işleminin şematik gösterimi aşağıdaki şekilde verilmektedir.



Şekil 3. Sıçratma işleminin şematik gösterimi (Tracton, 2006)

Sıçratma (sputtering) kaplama seçeneklerine bağlı olarak çok yönlü bir fiziksel buhar kaplama yöntemidir. Bu yöntem bütün saf metaller ve alaşımları için hatta daha karmaşık malzemeler içinde kullanılabilmektedir. Ayrıca çoğu oksitler ve nitritler içinde hassasiyetle kullanılabilmektedir. Bu bölümde sıçratma yöntemlerini doğru akım diyot sıçratma, doğru akım triyot sıçratma, radyo frekans sıçratma ve manyetik alanda sıçratma şeklinde 4 ana başlık altında incelemeye çalışacağız.

1.3.2.1.2.1. Doğru Akım Diyot Sıçratma

Doğru akım diyot en basit ve en eski sıçratma kaplama kaynağıdır. 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 iletmeli ve taban malzeme yüzeyinin plazma elektronlarıyla bombardıman edildiğinden dolayı taban malzemenin ısınmasına yol açar. Bu nedenle sistemin bu dezavantajlarını ortadan kaldırmak ve sistemin performansını artırmaya yönelik yeni yöntemler geliştirilmiştir.

1.3.2.1.2.2. Doğru Akım Triyot Sıçratma

Bu sistemde ısıtılmış bir flaman boşalma için ikincil bir elektron kaynağı olarak kullanılır. Bu yöntemde elektronları hapsetmek ve izolasyon olasılığını artırmak için dışarıdan mıknatısta kullanılabilmektedir.



Şekil 4. Triyot sıçratma işleminin şematik gösterimi (Tracton, 2006)

Triyotlar düşük basınçlarda ve voltaj değerlerinde daha yüksek kaplama oranı sağlarlar. Triyotların dezavantajları ise eksen boyunca uniform olmayan plazma dağılımı buda yüzeyin uniform olmayan bombardımanına neden olmasıdır(Tracton, 2006).

1.3.2.1.2.3. 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 dielektirik filmlerin kaplanmasında kullanılıyordu. Günümüzde ise kullanım alanları dikkate değer bir şekilde artmıştır (Wasa, 2003).

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 (Ohring, 1991). Elektrot RF jeneratörüne bağlandığı zaman, elektron ve iyonların hareketlerindeki farklılıklar nedeniyle elektrotta negatif bir gerilim oluşur(Bunshah, 2001). RF sıçratma yönteminde sıçratma oranı düşük olmasına rağmen elektriği iletmeyen hedef malzemelerin kaplanmasında kullanılmaktadır. Elektriği iletmeyen hedef malzemelerin RF sıçratma yöntemiyle kaplanmasındaki en büyük dezavantajlarından biri, çoğu dielektrik malzemelerin ısı iletim katsayılarının düşük olması, ısıl genişleme katsayılarının yüksek olması ve çoğunlukla gevrek malzemeler olmalarıdır (Mattox, 1998; Seshan, 2002).

1.3.2.1.2.4. Reaktif Sıçratma Yöntemi

Reaktif sıçratma işlemi temel olarak hedef malzemenin kaplanmadan önce ortamdaki reaktif gaz molekülleri ile reaksiyona girmesi sonucunda taban malzemeye kaplanması işlemidir. Reaktif sıçratma yönteminde temel problem, hedef malzeme yüzeyinde sıçratma işlemini engelleyen bir film oluşmasıdır. Bu durum hedef zehirlenmesi olarak isimlendirilir. Hedef malzemenin zehirlenmesi sıçratma oranını ve verimliliğini olumsuz yönde etkilemektedir (Mattox, 1998).

1.3.2.1.2.5. 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 (Kelly; 2000). 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 hapsolma 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 (Roinhan Bushan,).

Magnetron sıçratma yönteminin ince film kaplama teknolojisinde etkileyici bir işlem olduğu 1960'lı yılların başlarında fark edildi. Kay manyetik ortamda akkor boşalma (şerare, glow discharge) ince film kaplama ile ilişkisini çalışmıştır. Çalışmaları sonucunda, dört kutuplu bir manyetik alanın katot yüzeyinde iyon akım yoğunluğunu artırdığını ve bununda kaplama oranını artırdığını bulmuştur. Günümüzde endüstride mikro elektronikten otomobile, mimari camlara, sert kaplamalara kadar geniş ölçekte kullanım alanlarına sahiptir. Günümüzde ince film kaplamada pek çok magnetron sıçratma sistemleri kullanılmaktadır. Bunlardan daha çok önemli olanları silindirik tip, diğeri ise düzlem şeklinde olan sistemlerdir (Wasa, 2003).

Yüzey magnetron 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 magnetlerin uygun düzenlenmeleri sayesinde elektronlar hedef yüzeyinde daire çizmeleri sağlanabilir. Bu yüksek elektron akısı yüksek yoğunlukta bir plazma sağlar. En yaygın magnetron kaynağı olarak düzlemsel magnetronlar kullanılmaktadır (Mattox, 1998; Bunshah, 2001).

1.3.2.1.2.6. 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 (Window ve Savvides, 1986). Bu yöntemde magnetlerle 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 magnetronlarla plazmanın hapsedilmesidir (Kelly, 2000; Tracton, 2006).

Dengesiz magnetron, 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 kullanılabilmektedir (Mattox, 1998).

1.3.2.1.2.7. 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 (Arnell, 1999; Kelly, 2000).



Şekil 5. Kapalı alan dengesiz manyetik sıçratma sistemleri; a) Aynalı, b) Kapalı alan (Kelly, 2000)

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 öncülük etmiş olur. Geleneksel, dengelenmemiş ve karşılıklı kapalı alan manyetik sıçratma sistemlerinin karşılaştırmalı şekli aşağıda verilmektedir.



Şekil 6. Geleneksel, dengesiz ve karşılıklı kapalı alan manyetik alanda sıçratma sistemlerinde manyetik çizgilerin ve plazma görünümünün karşılaştırılması (Arnell, 1999)

Bu yöntem saf metal ve alaşımların kaplanmasında kullanımına ek olarak pek çok geniş ölçekteki reaktif sıçratmalı kaplamalarda da başarılı bir şekilde kullanılmaktadır. Tek elementli nitritler, özellikle titanyum nitritler 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 performansı elde edebilmesine olanak sağlamaktadır (Arnell, 1999).

1.3.2.1.2.8. Darbeli Manyetik Alanda Sıçratma

Yalıtkan malzemeler ve oksit filmler RF sıçratma ve kontrollü atmosfer ortamında reaktif manyetik alanda sıçratma yöntemiyle yüksek kalitede kaplanabilmektedirler (Kelly ve Arnell; 1999). Ancak bu yöntemler, kaplama oranının çok düşük olması (genelde saatte 1 µm), ayrıca sistemin karmaşık ve ticari uygulamalar için ekonomik bazı problemlere sahiptir (Kelly, 2000). Ayrıca reaktif manyetik alanda sıçratma yönteminde ise hem ark oluşumu hem de kaplama işlemi devam ederken, hedef malzeme yüzeyi ortamdaki reaktif gazla tepkimeye girerek yüzeyde yalıtkan bir tabaka oluşur. Bu da hem kaplamanın kimyasal bileşimini (stokiyometri) hem de kaplamanın yapısını olumsuz yönde etkiler. Burada hedef malzeme yüzeyinde oluşan yalıtkan tabaka "hedef malzeme zehirlenmesi" olarak isimlendirilir.

Yukarda bahsedilen çoğu problemlerin etkisi, son zamanlarda geliştirilen darbeli manyetik alan sıçratma yönteminin reaktif halde çalıştırılması ile azaltılmıştır. 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 çöktürme oranlarına da yaklaşılmıştır. Bu yöntemde uygun darbe frekansı, darbe zamanı ve darbe yükseklikleri kaplanacak olan malzemelere bağlıdır. Örneğin iyi bir dielektrik malzeme olan Al₂O₃ için kaplama işleminde, 50 kHz lik frekans değeri en uygun olurken, bu durum biraz iletken olan TiN gibi malzemelerin kaplanmasında 150 kHz lik frekans değeri en uygun değerdir (Kelly, 2000; Mattox, 1998).

1.4. MoS2 ve MoS2 Esaslı Katı Yağlayıcı Kaplamalar

MoS₂ sahip olduğu yüksek yağlama özelliğinden dolayı pek çok uygulama alanlarında kendisine yer edinmiştir. MoS₂'ün yağlayıcı özelliği kristolografik yönlenme, mikro yapısı, elektronik konfigürasyonu, kaplama yöntemleri, adhezyon, kaplama kalınlığı, saflık derecesi, yoğunluğu ve ortam şartları gibi özelliklere bağlıdır (Chermette, 2001; Wahl vd., 1999). Bunların içerisinden kristolografik yönlenme ve kaplanan yüzeye adhezyon, MoS₂'ün tribolojik özelliklerini etkileyen etkenlerin başında gelmektedirler. MoS₂ kristolografik olarak hegzagonal yapıya sahip ve aşırı ölçüde anizotropik özellik sergiler. Bu yapıda Şekil 7'de de görüldüğü gibi her bir molibden atomu üçgen prizma şeklindeki S atomlarıyla çevrilidir. Yapı içerisindeki Mo ile S atomları birbirlerine güçlü kovalent bağlarıyla bağlanırken, tabakalar arasında S atomları ise bir birlerine zayıf Van der Waals bağları ile bağlanırlar.



Şekil 7. MoS₂'ün kristal yapısı (Baran, 2007)

MoS₂ filmlerde, kaplama parametrelerine bağlı olarak Şekil 8'de gösterildiği gibi tip I ve tip II olmak üzere iki çeşit kristolografik yönlenme söz konusudur. Bunlardan Şekil 8'de gösterilen Tip I'de bazal düzlem taban malzeme yüzeyine dik olarak yönlenir. Tip II' de ise bazal düzlem taban malzeme yüzeyine paralel olarak yönlenir. Bazal düzlemin taban malzeme yüzeyine paralel olduğu durum ideal sürtünme özelliklerine sahiptir (Efeoğlu; 2005; Arslan, 2005).



Şekil 8. MoS₂ kaplamalarda Tip I ve Tip II yönelmesi (Arslan, 2004)

MoS₂; vakum, havacılık ve uzay uygulamalarında düşük sürtünme katsayısı ve aşınma miktarına sahipken, normal atmosfer koşullarında neme karşı çok duyarlı olduğundan, sürtünme katsayısı artmakta ve aşınma ömrü azalmaktadır (Savan vd., 2005; Wang, 2007). Bu nedenle de atmosfer ortamında çalışan makine elemanlarında MoS₂ yaygın bir şekilde kullanılamamaktadır.

Teknik uygulamalarda MoS₂ katı yağlayıcı olarak 1940'lı yıllarda x-ışını katot tüplerinde kullanılmaya başlanmıştır (Blewett, 1941). Günümüzde ise başta uzay ve havacılık sanayisi olmak üzere, kesme ve şekil verme araçlarında kullanılmaktadır. Son yıllarda araştırmacılar, MoS₂'e bazı elementler katarak atmosfer şartlarına karşı duyarlılığını azaltmak ve tribolojik performansını artırmak için pek çok çalışmalar gerçekleştirmişlerdir. Özellikle Au, Ag, Co, Ni, Ta ve Pt gibi elementler eklenmesiyle daha yoğun bir yapı, neme karşı daha iyi bir direnç ve daha uzun bir aşınma ömrünün gerçekleştiği görülmüştür (Simmonds, 1999; Wang, 1999).

Bu çalışmalarda kaplamaların özellikle yapısal, mekaniksel, kimyasal ve tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesi ve kullanılacak uygulamalar için tekrarlanabilirliği sağlayabilmek için optimize edilmeleri amaçlanmıştır. Miyoshi'nin gerçekleştirmiş olduğu bir çalışmada manyetik sıçratma yöntemiyle AISI 440C çeliği üzerine kaplanan MoS₂ numunelerin sürtünme katsayılarının vakum ortamında 0.070, hava ortamında 0.1 ve azot ortamında 0.015 değerlerine sahip olduğunu ifade etmiştir (Miyoshi, 2000). Rigato ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada; yüksek oranda Ti elementine sahip olan MoS₂'lü numunelerin daha yüksek aşınma direncine sahip olduklarını gözlemlemişlerdir (Rigato, 2001).

MoS₂ filmlerde fiziksel buhar kaplama yöntemleri günümüzde kullanılan en yaygın yöntemlerdir. FBK yöntemlerinde ilk çalışmaların çoğu RF sıçratma kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu yöntem günümüzde de pek çok uygulamalarda kullanılmaya devam etmektedir. Diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında, RF sıçratma düşük sürtünme karakteristiğine sahip yüksek adhezyonlu kaplamalar üretmektedir. RF genellikle ya MoS₂ hedefin ya da Mo hedefin bir reaktif gaz atmosferinde gerçekleştirilir. RF sıçratma yöntemiyle üretilmiş MoS₂ kaplamalar sıvama (burnishing) yöntemiyle üretilen kaplamalardan daha düşük sürtünme katsayıları, daha iyi adhezyon ve daha düşük aşınma oranları davranışları gösterirler. Ancak bununla beraber RF sıçratmayla düşük kaplama oranı elde edilir. Dengesiz kapalı alan manyetik sıçratma yöntemiyle MoS₂ kaplamalar kaplanarak bu problemlerin bazılarının üstesinden gelinmektedir (Teer, 1997).

Başka bir çalışmada DC manyetik alan sıçratma yöntemiyle MoS₂-Ti M42 çeliğinin üzerine kaplanarak tribolojik testlere tabi tutulmuştur. Yapılan bu testlerden elde edilen sonuçlara göre 200 mm/s çevresel hızda ve %50 bağıl nemli ortamda düşük aşınma ve sürtünme katsayılarının elde edildiği gözlemlenmiştir. Uygulanan 80 N yükte yaklaşık 0,04-0,045 arasında sürtünme katsayısı değeri elde edilmiştir (Amaro, 2005).

Doğru akım manyetik alanda sıçratma yönteminde, taban malzemeye negatif gerilim uygulanıp böylelikle büyüyen filmin enerjili iyonlar ile bombardıman edilerek yapının daha yoğun ve adhezyonunun artırılması sağlanır. Mıknatısların manyetik alanlarının dengesiz olması bombardıman yoğunluğunu artırır, daha yüksek iyon akım yoğunluğu verir ve kaplamayı geliştirir (Fox, 1999).

1.5. Çalışmanın Amacı

Geleneksel ve gelişmekte olan sanayi ürünlerinin çoğunda yataklama problemleri yaşanmaktadır. Bu problemlerin en önemlileri, temas halinde izafi hareket yapmakta olan parçalar arasında oluşan sürtünme ve aşınma kayıplarıdır. Bu durum, modern araç ve gereçlerde kullanılan rulmanlı yatak uygulamalarında da önemli bir problemdir. Günümüzde, karşılaşılan sürtünme aşınma problemlerinin çözümü için kullanılmakta olan geleneksel yağlayıcılara alternatif olarak katı yağlayıcılar yaygınlaşmaktadır. Ayrıca, gelişen teknojik uygulamalar, çoğu makinaların atmosfer ve vakum ortamlarında kullanılabilir olmalarını zorunlu kılmaktadır. Bu nedenlerle katı yağlayıcı olarak
kullanılmakta olan ince filmlerin atmosfer ve vakum ortamlarında sergileyecek oldukları tribolojik davranışlarının karakterize edilmeleri son derece önemlidir.

Bu çalışmada, rulmanlı yatak imalatında en yaygın kullanılan AISI 52100 çeliği yüzeyine kaplanacak olan katı bir yağlayıcının sergileyecek olduğu tribolojik özelliklerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Bu gerekçeyle, belirlenen 52100 çeliğinin yüzeyi, darbeli DC kapalı dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemiyle (CFUBMS) MoS₂-Ti kaplanmıştır. Elde edilecek kaplamaların yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri, atmosfer ve vakum ortamında incelenecektir.

2. DENEYSEL ÇALIŞMA

2.1. Deneylerde Kullanılan Malzemeler

Yapılan bu çalışmada MoS₂-Ti kaplamaların tribolojik özelliklerinin belirlenmesi için; rulmanlı yatak sanayisinde yaygın olarak, şekillendirme takımlarında, mastar ve vana imalatında kullanılmakta olan, düşük alaşımlı yüksek karbonlu AISI 52100 (1.3505 – EN 100Cr6) çeliği seçilmiştir. Ayrıca, gerçekleştirilecek kaplamaların kalınlıklarının ölçülebilmesi ve yapısal analizlerinin daha sağlıklı yapılabilmesi için altlık olarak kullanılan cam levhalar diğer numunelerle birlikte ve aynı koşullarda kaplanmıştır. Bu çalışmada kullanılan AISI 52100 çeliğinin kimyasal bileşimi Tablo 3'te verilmiştir.

Tablo 3. AISI 52100 çeliğinin kimyasal bileşim analiz sonuçları

	%C	%Mn	%Cr	%P	%S	%Si
AISI 52100	0.98-1.1	0.25-0.45	1.3-1.6	0.025	0.025	0.15-0.3

Bu çalışmada belirlenen AISI 52100 çelik taban malzemeleri, rulmanlı yatak imalat sanayisinde, rulmanlı yatak imalatı için kullanılmakta olan 40 mm çaplı yuvarlak çubuk şeklindeki malzemeden 5 mm kalınlığında disk şeklinde kesilerek hazırlandı. Deney numuneleri olarak, 40 mm çapında ve 5 mm kalınlığında hazırlanan parçalar, temsil etmelerini istediğimiz rulmanlı yatak bilezikleri ile aynı mekanik özelliklere (63 RSD) uygulanan ısıl işlemler ile getirildi. Isıl işlemi tamamlanan parçaların her iki yüzeyi öncelikli olarak taşlandıktan sonra, yüzey pürüzlülük değerlerinin (R_a) yaklaşık 0,05 µm değerine gelebilmeleri için sırasıyla 220, 400, 600, 800, 1200 ve 1500 numaralı SiC abrasif kâğıtlar (zımpara kağıdı) ile zımparalandı. Zımparalanan parçalar sırasıyla 0,3µm ve 0.05µm boyutlu alümina pasta ile parlatma işlemlerine tabi tutuldular. Bu işlemlerden sonra numuneler, etil alkol içerisinde ultrasonik yikayıcı yardımıyla yarım saatlik bir süre temizlendiler. Parlatılan ve ultrasonik yöntemle temizlenen numunelerin yüzeyleri %5,0'lik nital çözeltisi içerisinde 10 saniye süreyle dağlama işlemine tabi tutulmuştur.

2.2 Kaplama İşlemleri

Kaplama işlemleri Şekil 9'da gösterilen darbeli DC kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma sistemiyle gerçekleştirilmiştir. Kaplama şartları; her bir durum daha önceki çalışmalar dikkate alınarak belirlenen sınır değerler kullanılarak Taguchi Tekniği göre seçilen L_9 (3⁴) deney planına göre belirlendi. Kaplama parametreleri Tablo 4, 5 ve 6'da ayrıntılı bir şekilde verilmiştir. Kaplama ünitesi içerisine üç adet MoS₂ ve bir adet Ti hedef Şekil 9b'de gösterildiği gibi yerleştirildi.



Şekil 9. a) Darbeli DC kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma kaplama makinesi,b) Hedeflerin yerleştirilişi ile oluşan manyetik alanın düzeni

Yoğun, düşük gerilmeli ve arksız kararlı bir kaplama elde edebilmek için kaplama işlemi sırasında hedeflere f= 200kHz frekans ve T= 2µs'lik periyotlar içerisinde darbeli-dc akım verilerek (dönüşümlü (+) pozitif ve (-) negatif darbeler uygulanarak) boşalma kararlı hale getirilmiş ve böylece film içinde hata oluşma ihtimali daha düşük seviyeye indirilmiştir. Ayrıca kaplama kalınlığı ve kimyasal bileşimin homojen olması için taban malzemeleri dönmekte olan tabla üzerine yerleştirilerek döndürülmüştür. Kaplanacak olan taban malzeme yüzeyinin kimyasal durumu, filmin büyümesindeki çekirdeklenme ve ara yüzey oluşma safhaları için çok önemlidir. Bu nedenle kaplama öncesinde taban malzeme üzerindeki istenmeyen tabakaları (kirler) ortadan kaldırmak için, numuneler 20 dakika iyon temizleme işlemine tabi tutuldu. Vakum odası içerisindeki olası su buharını azaltmak, kaplama tabakasının yapışma kabiliyetini (adhezyonu) artırmak ve kaplama ve taban malzeme arasında oluşabilecek kalıntı gerilmeleri (iç gerilme) azaltmak içi numuneler 5

dakika süreyle Ti kaplama işlemi gerçekleştirildi. Kaplama işlemleri her bir durum için 60 dakikada gerçekleştirildi. MoS₂-Ti kompozit kaplamaların büyütülmesi sürecinde, iyonlaşmayı sağlamak için argon soygazı kullanılmıştır ve sıçratma işlemi için ise katı durumda % 99,95 saflık derecesine sahip MoS_2 ve % 99,5 saflık derecesine sahip Ti hedef malzemeler kullanılmıştır.

Tablo 4. Darbeli-DC İçin Değişken Olarak Seçilen Parametreler ve Seviyeleri.

		Seviyeler				
	Parametreler	1	2	3		
А	Çalışma Basıncı (Pa)	0.26	0.33	0.40		
В	Taban Malzeme Gerilimi (-V)	30	60	90		
С	MoS ₂ için Magnetron Akımı (A)	0.30	0.60	0.90		
D	Ti için Magnetron Akımı (A)	0.25	0.50	0.75		

Tablo 5. Taguchi Tekniğine göre belirlenen L₉ (3⁴) Deney Planı.

		Parametre	ler ve Seviyeleri		
Numune No	A Çalışma basıncı	B Taban Malzeme Gerilimi	C MoS ₂ Magnetron Akımı	D Ti Magnetron Akımı	
R1	1	1	1	1	
R2	1	2	2	2	
R3	1	3	3	3	
R4	2	1	2	3	
R5	2	2	3	1	
R6	2	3	1	2	
R 7	3	1	3	2	
R8	3	2	1	3	
R9	3	3	2	1	

Deney No	Hedefler		Taba	n Malzeme	Çalışma Basıncı (Pa)		
Dency 110	1xTi (A)	3xMoS ₂ (A)	Pulse	d Biased-dc (-V)			
R1	0.25	0.30	30		0.26		
R2	0.50	0,60	60		0.26		
R3	0.75	0.90	90		0.26		
R4	0.75	0.60	30	T: 2μs	0.33		
R5	0.50	0.90	60		0.33		
R6	0.25	0.30	90	1.200KHZ	0.33		
R7	0.25	0.90	30		0.40		
R8	0.75	0.30	60		0.40		
R9	0.50	0.60	90		0.40		

Tablo 6. CFUBMS prosesinde her bir deney için Darbeli-DC durumunda kullanılan çalışma koşulları

2.3 Sertlik Ölçümleri

2.3.1. Mikro Sertlik

AISI 52100 taban malzeme üzerine kaplanan MoS₂-Ti ince filmlerin mikro sertlik ölçümleri Şekil 10a'da görülen Buehler marka mikro sertlik ölçüm aleti kullanılarak, her bir durum için 10gr yük altında 10 saniyelik çalışma süresinde 10 adet ölçüm yapılarak elde edilmiştir.

2.3.2. Nano Sertlik

MoS₂-Ti kaplı numunelerin elastisite modülü ve nano sertlik değerleri Şekil 10b'de gösterilen CSM Instrumunts marka nano sertlik cihazı ile ölçülmüştür. Sertlik ve elastiklik modülü değerleri Oliver ve Pharr (1992) analiz metodu ile hesaplanmıştır. Her bir deney numunesi için beş ölçüm yapılıp ortalaması dikkate alınarak sertlik ve elastik modülleri belirlenmiştir.



Şekil 10. Sertlik ölçüm cihazları, a) Mikro sertlik ölçüm cihazı, b) Nano sertlik ölçüm cihazı

2.4. Yapısal İncelemeler

Kaplanan taban malzemeler üzerinde MoS₂-Ti ince filmin büyümesindeki kristolografik yönlenmelerin incelenmesi için cam levha altlık üzerine kaplanmış numuneler kullanılmıştır. Bu incelemeleri yapabilmek için λ =1,5405 Å dalga boyunda, CuK_a radyasyon kaynaklı X-ray Difraktometre cihazı kullanılmıştır. Her bir numune, 20=5-80° tarama aralığı açısında, 3 derece/dakika tarama hızında, 0.05 derece tarama adımında incelenmeye tabi tutulmuştur. Kaplamalardan elde edilen X-ray grafikleri, JCPDS (Joint Committe on Powder Diffraction Standards) pik dosyaları ile karşılaştırılarak değerlendirilmiştir.

Kaplamaların mikro yapısal özellikleri, kalınlıkları ve kimyasal EDS (energy dispersive spectroscopy) analizi için Şekil 11a'de gösterilen VEGA Easy Probe taramalı elektron mikroskobu, aşınma yüzeylerinin incelenmesi için ise Şekil 11b'de gösterilen Jeol 6400 taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır.



Şekil 11. Taramalı elektron mikroskopları; a) VEGA Easy Probe Taramalı elektron mikroskobu, b) Jeol 6400 Taramalı Elektron Mikroskobu

2.5. Sürtünme ve Aşınma Deneyleri

Bu çalışmada AISI 52100 çeliği üzerine kaplanan MoS₂-Ti filmlerin sürtünme ve aşınma davranışlarını incelemek için Şekil 12 ve 13'de fotoğrafı verilen atmosfer ve vakum ortamında çalışabilen ball-on-disk esaslı sürtünme ve aşınma deney düzeneği (DUCOM Wear and Friction Test Machine) kullanılmıştır. Söz konusu düzenek; yükleme düzeneği, asınma miktarı algılayıcısı, sürtünme kuvveti ve sıcaklık ölçüm sisteminden oluşmaktadır. Bu düzenek, üzerinde iki adet gözlem penceresi bulunan, paslanmaz çelikten imal edilmiş fanus şeklindeki kapak ile örtülen bir ortama yerleştirilmiştir. Oluşturulmuş bulunan ortamın basıncı birbirine seri bağlı durumdaki rotary ve difüzyon pompası ve sıvı azot trampından azot desteği yapılarake 1×10^{-3} mbar ve 2×10^{-6} mbar vakum değerlerine düsürülebilmektedir. Ortam basıncı sisteme bağlandıktan sonra kalibre edilmiş durumda bulunan iki adet penning ve bir adet pirani tip vakum ölçüm üniteleri ile ölçülmektedir. Dokuz farklı koşulda hazırlanan MoS₂-Ti kaplanmış numunelerin sürtünme ve aşınma deneyleri oda sıcaklığında sırasıyla, atmosfer (1013mbar), 5x10⁻³mbar ve 8x10⁻⁶mbar'lık vakum ortamlarında gerçekleştirildi. Aşındırıcı (karşı eleman) olarak TS 16949, ISO 9000, AS 9100 (Havacılık Sektörü Kalite Yönetim Sistemi) ve ISO 14001standartlarına uygun olarak üretilen 6 mm çaplı Al₂O₃ bilye kullanılmıştır.



Şekil 12. Ball on disk esaslı sürtünme ve aşınma deney düzeneği



Şekil 13. Sürtünme Aşınma Deney Düzeneğinin Ayrıntılı görünümü

Sürtünme ve aşınma deneylerinde uygulanan parametreler Tablo 7'de verilmiştir. Bu parametreler daha önce literatürde yapılan çalışmalar dikkate alınarak belirlenmiştir. Bütün deneyler sabit çevresel hızda (80mm/s), 5N'luk sabit yükte gerçekleştirilmiştir. Deney süresi 800 çevrim olarak belirlenmiştir. Numunelerin hazırlanması esnasında (kaplama işlemi) her bir numune grubu aynı koşullarda işleme tabi tutulmuş olmasına rağmen, gerçekleştirilen deneylerdeki güvenilirliği ve tekrarlanabilirliği garanti etmek için üç ortamda da aynı deney numunesi (guruptaki numunelerden biri) kullanıldı. Bu amaçla her bir numune, atmosfer, $5x10^{-3}$ mbar ve $8x10^{-6}$ mbar vakum ortamlarında aynı iz çaplarında ayrı ayrı olarak test edildiler.

Parametreler	
Taban Malzeme	AISI 52100 (1,3505 – EN 100Cr6)
Kaplama cinsi	MoS ₂ -Ti
Aşındırıcı Bilye	Al ₂ O ₃ (% 99,5 Al ₂ O ₃ -%5 Diğer) 1700VSD
Aşındırıcı Bilye Çapı	6 mm
Uygulanan Bilye Yükü	5 N
Numunenin Çevresel Hızı	80 mm/s
Deney Süresi	800 çevrim
Test Ortamı	1013 mbar (Hava), 5x10 ⁻³ mbar, 8x10 ⁻⁶ mbar
Atmosfer Ortamında İz Çapı İz Çapı	26mm, 20mm, 14mm
5x10 ⁻³ mbar Vakum Ortamında İz Çapı	26mm, 20mm, 14mm
8x10 ⁻⁶ mbar Vakum Ortamında İz Çapı	26mm, 20mm, 14mm
Ortam Sıcaklığı	20-24°C
Bağıl Nem	% 50-58

Tablo 7. Sürtünme ve aşınma deneyleri parametreleri

Söz konusu düzenekteki yükleme işlemi, numune tutucusu üzerindeki yuvaya yerleştirilen ölü ağırlıklar ile direkt olarak gerçekleştirildi. Diskin dönme hızı (devir sayısı) otomatik olarak bilgisayar tarafından kontrol edilmekte olan bir hız kontrol ünitesi aracılığı ile ayarlanabilir şekilde sürekli kontrol edilip ve deney süresince sabit tutuldu. Deney sırasında sürtünme kuvveti, numune ile disk arasında oluşan numune tutucusu ile direkt olarak temas halinde bulunan 25 N kapasiteli ve \pm 0,01 N duyarlılıktaki bir yük hücresi ile ölçüldü. Deney sonrasında aşınma izi profili, yüzey profilometresi kullanılarak elde edildi.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1 Film Kalınlıkları ve Yüzey Morfolojisi

Değişik kaplama parametreleriyle darbeli-DC manyetik sıçratma yöntemiyle cam levha üzerine büyütülen MoS₂-Ti filmlerin kalınlıkları kırılma kesitlerinden çekilen taramalı elektron mikroskobu resimleriyle belirlendi. Üretilen kaplamalar metalik, mavimtırak ve parlak bir yüzey görünümde elde edilmiştir. Elde edilen film kalınlıkları 0.62 ile 1.85µm arasında değişmektedir.

Şekil 14, 15 ve 16'e bakıldığında darbeli DC manyetik sıçratma yöntemiyle üretilen MoS₂-Ti kaplamaların genel olarak gözenekli, yoğun (dense), kolunlu ve düzgün bir yapıya sahip olduğu görüldü. Bu yapı kullanılan magnetron sıçratma yöntemiyle sağlanmıştır (Liu, 1999). Görülen bu yapı, kullanılan kaplama yöntemi ile kaplama tabakası iç gerilimlerin meydana getirdiği düzgünsüzlüklerin azaltılması ve ark oluşumlarının engellenmesi sayesinde meydana gelmektedir. Aynı numunelerin şekil 17-25 arasındaki AFM görünümlerine bakıldığında genel olarak yoğun ve kolonlu yapıda oldukları görülmektedir. Kaplama parametreleri dikkate alındığında en yüksek film kalınlığı yaklaşık 1.85µm olarak; 0.5A Titanyum, 0.90A MoS₂, 0.33Pa çalışma basıncı, 60V taban malzeme gerilimi, 200kHz frekans ve 2µs'lik adıma sahip kare dalgalı gerilim parametreleriyle ile elde edilen R5 numaralı deney numunesinde ölçülmüştür. En düşük film kalınlığı ise, yaklaşık 0.56µm olarak; 0.75A Titanyum, 0.30A MoS₂, 0.40Pa çalışma basıncı, 60V taban malzeme gerilimi, 200kHz frekans ve 2µs'lik adıma sahip kare dalgalı gerilim parametreleriyle ile elde edilen R8 numaralı deney numunesinde ölçülmüştür. Bu filmin şekil 24'deki AFM görünümüne bakıldığında Şekil 21'deki R5 numaralı numuneye göre daha az yoğun olduğu belirlenmiştir. Bu numunelerde ölçülen film kalınlığının oluşmasını etkileyen en önemli parametrenin MoS₂ hedef malzemesinin (magnetron) uyarı akımının olduğu tespit edilmiştir. Hedef akımı arttıkça, hedeften yayılan elektronların argon soy gazı içerindeki nötr atomlara çarpmasıyla iyonlaşma miktarı artmıştır. Artan iyon miktarıyla hedef malzemeden sıçratılan atom sayısı artarak film kalınlığı artmıştır.





R2



R3

R4



R5

Şekil 14. R1, R2, R3, R4, R5 ve R6 numaralı deney numunelerinin kaplama kalınlıkları



Performance in nanosp

R9

Şekil 15. R7 R8 ve R9 numaralı deney numunelerinin kaplama kalınlıkları



Şekil 16. R1 ve R2 numaralı numunelerdeki tipik gözenekli yapılar



Şekil 17. R1numaralı numunenin AFM görünümü



Şekil 18. R2 numaralı numunenin AFM görünümü



Şekil 19. R3 numaralı numunenin AFM görünümü



Şekil 20. R4 numaralı numunenin AFM görünümü.



Şekil 21. R5 numaralı numunenin AFM görünümü



Şekil 22. R6 numaralı numunenin AFM görünümü



Şekil 23. R7 numaralı numunenin AFM görünümü



Şekil 24. R8 numaralı numunenin AFM görünümü



Şekil 25. R9 numaralı numunenin AFM görünümü

3.2. EDS Analizleri

MoS₂-Ti ile kaplanmış numunelerin kimyasal bileşimi EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) analizi ile belirlendi. EDS analizinden elde edilen sonuçlar yüzde kütle olarak Şekil 26-34 arasındaki şekillerde verilmektedir.



Şekil 26. R1 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu



Şekil 27. R2 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu



Şekil 28. R3 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu



Şekil 29. R4 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu



Şekil 30. R5 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu



Şekil 31. R6 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu

Τi

6.17 65.86

Mo



Şekil 32. R7 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu



Şekil 33. R8 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu



Şekil 34. R9 numunesinden elde edilen EDS analizi sonucu

MoS₂-Ti filmlerin kantitatif analizleri değerlendirildiğinde, kaplama tabakasında biriken sülfür ve molibden miktarlarını etkileyen en baskın parametrenin MoS₂ hedef akımın olduğu görülmüştür. Bu ifade, EDS analizi sonucu tablolarını içeren 23-32 numaralı şekillerdeki MoS₂ hedef akımı (0,30 ile 0,90 A) ile S ve Mo'nin analiz değerlerinin birbirleriyle doğru orantılı olarak artmasına rağmen aynı artışın diğer parametrelerdeki değişimlerde görülmemesiyle değerlendirilmiştir. İyi bir yağlayıcı özellik sağlanması için S'nin Mo'ya stokiyometrik oranı 2'ye (MoS₂'nin stokiyometrik oranı) yaklaşmalıdır (Ponssard, 1993; Liu, 1999). Elde edilen sonuçlar Tablo 8'de verilmiştir. Bu Tablo 8'e göre teorik değere en yakın R6 numaralı numunede kullanılan parametrelerle yaklaşılmıştır.

Tablo 8. MoS₂-Ti kaplamaların atomsal S/Mo olarak oranı

% Atom	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9
S/Mo	1.47	1.45	1.26	1.38	1.18	1.59	1.34	1.20	1.25

3.3. XRD Analizleri

Çeşitli parametrelere göre kaplanan MoS₂-Ti kompozit filmlerin mikro yapısal karakteristikleri X-ışını difraksiyonu yöntemiyle belirlendi. Elde edilen spektrumlar Şekil

34 ve 35'te görülmektedir. Bu şekiller ayrı ayrı olarak, numune tanımlama sırasına ve Ti oranına göre hazırlanmıştır.



Şekil 35. MoS₂-Ti kaplamaların X-ışını difraksiyonu grafiği



Şekil 36. Titanyum oranına göre X-ışını difraksiyonu grafiği

Şekildeki XRD spektrumları incelendiğinde, mikro yapının ne tam kristalli bir yapıda ne de tam amorf bir yapıda olduğu görülmektedir. Şekil 35 ve 36 değerlendirildiğinde, piklerin genel olarak geniş ve düşük yoğunlukta (zayıf) olduğu görülmektedir. Görülen ana pikler MoS₂'nin (002) düzlemine karşılık gelmektedir. Bu düzlem taban malzeme yüzeyine paralel olan ve tribolojik uygulamalar için tercih edilen (002) düzlemidir. Literatürdeki pek çok çalışmada da kaplamanın yüzeye iyi yapıştığı (adhezyon) durumlarda (002) düzlemine sahip filmlerin çok düşük sürtünme katsayısı davranışları sergilediği belirtilmiştir (Efeoğlu, 2005; Wahl, 2000; Arslan, 2004). Şekil 36'daki XRD spektrumlarından MoS₂'ün kristalli yapıda gelişmesi Ti'un yapıya eklenmesiyle genel olarak engellendiği görülmektedir. Titanyumun yapıdaki miktarının artması MoS2 piklerinin zayıflamasına ve genişlemesine (yayılma) neden olmaktadır. Bu durum, Renevier ve arkadaşları tarafından da, saf MoS₂ kaplamaları üzerine yapmış oldukları bir çalışmada ki MoS₂ kaplamalarının XRD incelenmesinde birkaç farklı pikin tespit edildiğini ve bu piklerin kısmi kristalli bir yapıya ait oldukları şeklinde belirtilmiştir (Renevier, 2001). Ancak MoS₂-Ti için gerçekleştirdikleri XRD çalışmalarında bu piklerin oluşmadığını gözlemlemişlerdir.

Böylelikle, MoS₂ içeren bir yapıya Ti'un eklenmesinin kaplamada MoS₂'in kristalli bir yapıda oluşmasını (büyümesini) engellediğini ortaya koymuşlardır (Renevier, 2001). Rigato ve arkadaşlarının yaptığı başka bir çalışmaya göre titanyumun lamelli yapıya sahip olan MoS₂'ün içine katıldığında lameller arasındaki mesafenin artmasına ve böylece çekilen XRD spektrumlarında elde edilen piklerin genişlemesine neden olduğunu ortaya koymuşlardır (Rigato, 1999). Ayrıca, oluşan katmanlı yapıların düzensiz bir büyümenin oluşmasına neden olduğu, bunun da elde edilen tabaka içerisinde distorsiyona neden olduğunu ifade etmişlerdir. Yapıda meydana gelen bu distorsiyonun da kaplamanın sertliğinde belirgin artışın nedeni olduğunu belirtmişlerdir.

Sonuç olarak, bu çalışma için hazırlan numunelerin yüzeylerindeki MoS_2 -Ti kaplamaların mikro yapısal incelenmelerinde, genel olarak kısmi kristalli amorf yapıya sahip oldukları, Ti'un MoS_2 yapısına eklenmesiyle kristalli büyüme oluşumunun engellendiği ve Ti oranı arttıkça bu etkinin de artmakta olduğu (tamamen amorf yapıya dönüşme) görülmüştür (Arslan, 2004; Wang, 1999).

3.4. Sertlik Analizleri

3.4.1. Mikrosertlik Analizi

AISI 52100 çeliği üzerine darbeli DC güç kaynağı kullanılarak kaplanmış numunelerin 10 gram yük altında 10 ölçümden alınan ortalama Vickers sertlik değerleri Tablo 9'da verilmektedir.

Tablo 9. Mikro sertlik sonuçları

	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9
Mikro Sertlik (VSD0,01)	412,21	703,55	757,6	663,32	655,2	637,68	449,57	580,23	459,91

Tablo 9'da verilen değerler arasında en yüksek mikro sertlik değerinin 1,70µm kalınlığında ve %10,48 Titanyum oranına sahip R3 numaralı deney parametreleriyle elde edildi.

3.4.2. Nano Sertlik Analizi

Yapılan beş farklı nano sertlik ölçümlerinden elde edilen ortalama sertlik ve elastisite modülü sonuçları Tablo 10'da verilmektedir. Ti oranına göre elde edilen sertlik ve elastisite modülü değerleri Şekil 37'de verilmektedir. Tablo 10'a göre elde edilen en yüksek sertlik R4 numaralı deney numunesinde kullanılan parametreler ve seviyelerle üretilirken, en düşük nano sertlik değeri R7 numaralı deney numunesinde kullanılan parametrelerle elde edilmiştir. Elastisite modüllerine bakıldığında en yüksek değer R8 numaralı deney numunesinde kullanılan koşullarla üretilirken, en düşük değer R9 numaralı deney numunesinde kullanılan koşullarla üretilmiştir. Burada Ti oranı arttıkça R6 numunesine kadar nano sertlik değeri artarken, R9 numunesinde sertlik değeri ani düşüş göstermektedir. R9 numunesindeki bu sertlik değeri kaplamadaki gözenekliliğin çok olmasına bağlanmıştır. Genel itibariyle sertlikteki artış XRD spektrumlarından da görüleceği üzere Ti elementinin MoS₂ lamellerinin içine girerek kafesin parametresinin genişlemesine ve kafes içerisinde distorsiyona neden olmasına bağlanmıştır.

Deney Numarası	Maksimum Yük (mN)	Yükleme Oranı (mN/dak)	Batıcı Uç	Elastisite Modülü (GPa)	Sertlik (HV)
R1	10	20	Vickers Elmas Uç	280,458	1990,032
R2	10	20	Vickers Elmas Uç	290,842	2233,060
R3	10	20	Vickers Elmas Uç	244,056	2154,220
R4	10	20	Vickers Elmas Uç	367,714	3309,540
R5	15	30	Vickers Elmas Uç	184,286	1282,538
R6	6	12	Vickers Elmas Uç	290,070	2397,820
R7	15	30	Vickers Elmas Uç	150,168	1004,878
R8	6	12	Vickers Elmas Uç	398,528	2662,220
R9	8	16	Vickers Elmas Uç	188,812	1277,876

Tablo 10. Nano sertlik ölçümlerinden elde edilen nano sertlik ve elastisite modülü değerleri



Şekil 37. Titanyum oranına göre elde edilen sertlik ve elastisite modülü değerleri

3.5. Sürtünme ve Aşınma Deneyleri Analizleri

Bu çalışmada, darbeli DC manyetik alanda sıçratma yöntemiyle çelik altlık üzerine dört farklı kaplama parametreleri ve üç farklı seviyede, dokuz farklı MoS₂-Ti kaplama numuneleri oluşturulmuştur. Dokuz farklı numunelerin her birinin sürtünme ve aşınma davranışlarını belirlemek için uygulanan sürtünme ve aşınma deneyleri, sırasıyla atmosfer, $5x10^{-3}$ mbar ve $8x10^{-6}$ mbar'lık vakum ortamlarında gerçekleştirilmiştir. Deneylerde çevresel hız ve uygulanan yük sabit tutulmuştur. Bütün deneyler laboratuar sıcaklığında (22 ±2 °C) gerçekleştirilmiştir. Üç ortamda gerçekleştirilmiş olan sürtünme ve aşınma deneylerinden elde edilen sürtünme katsayısı grafiği şekil 38'de ve aşınma yolu kesiti alanları şekil 39'da verilmektedir.



Şekil 38. Atmosfer, 5x10⁻³mbar ve 8x10⁻⁶mbar vakum ortamlarında elde edilen ortalama sürtünme katsayıları grafiği



Şekil 39. Atmosfer, 5x10⁻³mbar ve 8x10⁻⁶mbar vakum ortamlarında gerçekleştirilen deneylerden titanyum oranına göre elde edilen aşınma izi kesit alanı grafiği

Deneylerin çoğunda karşı yüzey olarak kullanılan Al₂O₃ bilyaların üzerinde ince ve uniform transfer filmin oluştuğu gözlemlenmiştir. Şekilden 39'da görüldüğü gibi atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerde elde edilen aşınma miktarları genelde düşük seviyede ve vakum ortamlarında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen aşınma miktarlarına göre daha azdır. Aynı grafikte yüksek miktarda titanyum oranına sahip R8 nolu numunenin üç farklı ortamda da en yüksek aşınma miktarına sahip olduğu görülmektedir. Bu durum nedeni kaplama parametreleriyle ilişkili olarak kaplamın taban malzeme yüzeyine yeterince iyi yapışamaması ve titanyum oranının çok yüksek olması nedeniyle MoS₂ kristal yapısının oluşamaması sonuçta amorf yapının oluşmasıdır (Arslan, 2004). Şekil 39'da atmosfer ortamında en düşük aşınma miktarına R4 nolu % 16,38 oranında titanyuma sahip deney numunesinde kullanılan kaplama parametreleriyle ulaşılmıştır. Aynı numunenin Şekil 38 ve 40'daki grafiklerine bakıldığında, atmosfer ortamında en düşük sürtünme katsayısı değerine sahip olduğu görülür. Bu durum, söz konusu numunenin sahip olduğu kaplamanın yapısal yoğunluğuyla ilişkilidir (Lauwerens, 2000). Bu numunenin Şekil 44'deki atmosfer ortamındaki aşınma yüzeyi fotoğrafı incelendiğinde oldukça düzgün olduğu görülmektedir. Ancak bu numunenin Şekil 39'daki aşınma miktarı grafiği, Sekil 51 ve 61 vakum ortamında gerçekleştirlen deneylerden elde edilen aşınma yüzeyler görünümleri ile birlikte incelendiğinde, atmosfer ortamına göre daha fazla aşınmış oldukları belirlenmiştir. Hazırlanan numunelerin XRD spektrumları incelendiğinde taban malzeme yüzeyine paralel büyümüş (002) düzlemini işaret eden pikin R4 numunesinde de oluşmuş olduğu (Tip II) görülmektedir. Söz konusu bu kristolagrafik büyüme tipi tribolojik uygulamalar için tercih edilen tiptir.

Şekil 40'ye bakıldığında atmosfer ortamında yapılan deneyler sonucunda R1, R2, R3, R4, R5, R6, R7 ve R9 numunelerinin oldukça düzgün sürtünme katsayısı davranışı sergiledikleri görülmektedir. Bu numunelerden R1, R2, R4, R5 ve R9 numaralı numunelerin sürtünme katsayıları 0,1'den düşüktür. Bu numunelerde de (002) düzleminde büyümenin olduğu belirlenmiştir. Aynı numunelerin atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen Şekil 39'daki aşınma oranları grafiğine bakıldığında ise düşük aşınma miktarlarına sahip oldukları görülür. Aynı zamanda, Şekil 41, 42, 44, 45 ve 49'a bakıldığında aşınma yüzeylerinin oldukça düzgün, aşınma parçacıkların diğer numunelerde elde edilen aşınma parçacıklarına oranla küçük boyutlarda ve aşınma yolu etrafında biriktikleri görülmektedir. R9 numaralı numunenin aşınma yolunun SEM görünümünde, aşınan (kopan) parçaların abrazif etkiyle numune yüzeyine tekrar batarak kazımış oldukları görülmektedir. R1 numaralı numunenin SEM görünümünde ise aşınma yolunun alt yüzey bölgesinde abrazif kazıma etkisinin (ploughing mekanizması) meydana gelmiş olduğu daha belirgin bir şekilde gözlenmektedir. Şekil 40'ta R3, R6, R7 numaralı numunelere bakıldığında sürtünme katsayısının 0.1'den yüksek olduğu görülmektedir. Aynı numunelerin Şekil 39'daki aşınma miktarı grafiğine bakıldığında, atmosfer ortamında diğer ortamlara oranla daha düşük aşınma davranışı göstermektedirler. Bu numunelerin, Şekil 43, 46 ve 47'deki SEM fotoğrafları incelendiğinde, aşınma izlerinin genişliklerinin düşük olmasına rağmen, özellikle Şekil 43'de kazıma mekanizması (ploughing) etkilerini gösteren çiziklerin oluştuğu görülmektedir. Şekil 40'dan görülebileceği gibi, R8 şartlarında büyütülen kaplama tabakasının belirlenen deney süresini tamamlayarak yüzeyden kalkmakta olduğunu anlaşılmaktadır. Bu durum, hem kaplamanın taban malzeme yüzeyine yeterince iyi yapışmaması, hem de yüksek titanyum oranının (%29,49 Ti) yüzeyler arasındaki sürtünmeyi artırması nedeniyle kaplama performansının yetersiz kalmasına yol açtığı düşünülmektedir. Elde edilen bu sonuç literatürde de çok yüksek titanyum oranına sahip numunelerin daha yüksek sürtünme katsayısı davranışı gösterdiğine dair çalışmaları doğrular niteliktedir (Arslan, 2004; Renevier, 2001).



Şekil 40. Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen sürtünme katsayısı grafiği



Şekil 41. Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R1 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 42. Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R2 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 43. Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R3 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 44. Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R4 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 45. Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R5 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 46. Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R6 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 47. Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R7 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 48. Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R8 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 49. Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen R9 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü

Atmosfer ortamında gerçekleştirilen numunelerden elde edilen ortalama sürtünme katsayıları Tablo 11'de verilmiştir.

Tablo 11. Atmosfer ortamında gerçekleştirilen deneylerde elde edilen ortalama sürtünme katsayıları

	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9
$\mu_{ortalama}$	0,078	0,087	0,121	0,066	0,076	0,132	0,109	*	0,08

* Deney sırasında kaplama tabakasının yüzeyden kalkması nedeniyle düzensiz değerler elde edilmiştir

 $5x10^{-3}$ mbar vakum ortamında elde edilen aşınma ve sürtünme grafikleri Şekil 39 ve 50'de verilmektedir. Şekil 50'ye bakıldığında R3, R4, R6 ve R8 numaralı numunelerin haricindeki numunelerin 0.1 den daha düşük sürtünme katsayısı değerleri sergilediği görülmektedir. Vakum ortamında ki bütün numunelerin atmosfer ortamına göre yapılmış bulunan deneylerden elde edilmiş aşınma miktarlarına göre daha fazla aşınma davranışları sergiledikleri görülmektedir. 5x10⁻³mbar vakum ortamında en düşük aşınma davranışını; 0.25A Magnetron akımında (Ti), 0.90 Magnetron akımında (MoS₂), 30 (-V) taban malzeme geriliminde ve 0.40 çalışma basıncında üretilen R7 numaralı deney numunesinin sergilediği görülmektedir. Aynı numunenin ortalama sürtünme katsayısı ise 0.92 olarak belirlenmiştir. Bu numunenin Şekil 36'daki XRD analizlerine bakıldığında (002) düzleminde büyüdüğü ve EDS analizlerine göre %3.74 Ti oranına sahip olduğu görülmektedir. R7 numunesinin Şekil 57'deki aşınma izi fotoğrafına bakıldığında düzgün bir yüzeyin oluştuğu ve kazıma mekanizmasıyla çiziklerin oluştuğu görülür.



Şekil 50. 5x10⁻³mbar vakum ortamında elde edilen sürtünme katsayısı grafiği

Şekil 50'den 5x10⁻³mbar vakum ortamında en düşük sürtünme katsayısı davranışının R1 numaralı numune tarafından sergilendiği görülmektedir. Şekil 50'de sürtünme katsayıları grafiğine, Şekil 54 ve 58'de ise aşınma yüzeyleri görünümüne bakıldığında R4ve R8 numaralı numunenin deney bitmeden kaplamanın taban malzeme yüzeyinden ayrıldığı, aşınma izi üzerinde derin yarıkların olduğu görülmektedir. Şekil 56'daki R6 numaralı numunede ise yine kazıma mekanizmasıyla kaplamanın aşındığı görülmektedir. Şekil 52, 55 ve 59 bulunan R2, R5 ve R9 numaralı numunelerin aşınma yüzeyleri incelendiğinden diğerlerine nazaran daha düzgün bir aşınma yüzeyinin oluştuğu görülür.


Şekil 51. 5x10⁻³mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R1 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 52. 5x10⁻³mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R2 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 53. 5x10⁻³mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R3 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 54. 5x10⁻³mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R4 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 55. 5x10⁻³mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R5 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 56. 5x10⁻³mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R6 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 57. 5x10⁻³mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R7 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 58. 5x10⁻³mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R8 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 59. 5x10⁻³mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden R9 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü

Hazırlanan numunelerin 5×10^{-3} mbar vakum ortamında, sürtünme-aşınma deneylerine tabi tutulması ile elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerleri Tablo 12'de verilmiştir.

Tablo 12. 5x10⁻³mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen ortalama sürtünme katsayıları

	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9
$\mu_{ortalama}$	0,056	0,098	0,21	*	0,091	*	0,092	*	0,071

* Deney sırasında kaplama tabakasının yüzeyden kalkması nedeniyle düzensiz değerler elde edilmiştir.

8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen sürtünme ve aşınma deneylerinden elde edilen aşınma miktarı grafiği Şekil 36'da, sürtünme katsayısı grafiği ise Şekil 60'ta verilmektedir. Şekil 60'taki grafiğe göre R3, R4, R6 ve R8 numaralı numunelerin haricindeki numunelerin stabil bir sürtünme katsayısı davranışları sergilediği görülmektedir. Aynı numunelerin Şekil 39'daki aşınma kesitleri grafikleri incelendiğinde,

R6 ve R8 numaralı numunelerin 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında aşırı miktarda aşınma davranışları sergilediği görülmektedir. Bu aşınmaların özellikle R4 ve R8 de Şekil 64 ve 68'de görüldüğü gibi kaplamanın taban malzeme yüzeyinden tamamen kalktığı ve aşınma parçacıklarının yüzeyi abrazif etkiyle tekrar aşındırması şeklinde olmuştur. Şekil 60 incelendiğinde; R1, R3, R7 ve R9 numaralı numunelerin sürtünme katsayılarının 0.059 ile 0.071 arasında değiştiği görülmektedir. Aynı numunelerin Şekil 39'daki aşınma kesitleri grafiğine ve Şekil 61, 63, 67 ve 69'daki aşınma yüzeyleri fotoğraflarına bakıldıklarında, aşınmanın atmosfer şartlarına göre daha fazla olduğu, ancak R6 ve R8 numaralı kaplama şartlarında elde edilen numunelere göre daha az olduğu görülmektedir. Yine Şekil 61, 63 67 ve 69'dan aşınma izlerinin düzgün, çok küçük aşınma parçacıklarının oluştuğu ve bu aşınma parçacıklarıyla aşınma izi üzerinde çiziklerin oluştuğu görülmektedir. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen sürtünme ve aşınma deneylerinden elde edilen en düşük aşınma R7 numaralı kaplama şartlarında elde edilen numaralı kaplama şartlarında elde edilen numaralı sartlarında elde edilen numaralı kaplama şartlarına göre daha R7 numaralı kaplama şartlarında elde edilen elde edilen en düşük aşınma kaplama şartlarında elde edilen elde edilen elde edilen elde edilen sürtünme ve aşınma deneylerinden elde edilen en düşük aşınma R7 numaralı kaplama şartlarında elde edilmiştir.



Şekil 60. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında elde edilen sürtünme katsayıları grafiği



Şekil 61. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R1 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 62. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R2 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 63. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R3 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 64. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R4 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 65. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R5 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 66. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R6 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 67. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R7 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 68. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R8 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü



Şekil 69. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen R9 numaralı numunenin aşınma yüzeyi görünümü

8x10⁻⁶mbar vakum ortamında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen ortalama sürtünme katsayısı değerleri Tablo 13'de verilmiştir.

Tablo 13. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında elde edilen ortalama sürtünme katsayıları

	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9
$\mu_{ortalama}$	0,064	0,106	*	*	0,071	*	0,063	*	0,059

^{*} Deney sırasında kaplama tabakasının yüzeyden kalkması nedeniyle düzensiz değerler elde edilmiştir

4. SONUÇLAR

Bu çalışmada, MoS2-Ti kaplama malzemesi, dört farklı parametrede (Çalışma Basıncı, Taban Malzeme Gerilimi, MoS2 Magnetron Akımı ve Ti Magnetron Akımı) ve bu parametreler her biri için ayrı ayrı üç seviyede olmak üzere, belirlenen dokuz farklı kaplama koşulunda, darbeli DC manyetik alanda sıçratma yöntemiyle AISI 52100 çelik malzeme üzerine kaplanmıştır. Elde edilen kaplamaların, sürtünme ve aşınma özelliklerinin belirlenmesi için; sabit çevresel hızda ve sabit yük altında atmosfer, 5x10-3 mbar ve 8x10-6 mbar vakum ortamlarında sürtünme ve aşınma deneyine tabi tutulmuşlardır. Söz konusu koşullarda test edilen numunelerin çeşitli yöntemlerle incelenmelerinden çıkartılan sonuçlar aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- Elde edilen en ince kaplama kalınlığı R8 numaralı numunede 0,56µm olarak; 0,75 Magnetron akımı (Ti), 0,30 Magnetron akımı (MoS₂), 60 (-V) taban malzeme gerilimi ve 0,40 Pa çalışma basıncı koşullarında üretilmiştir. En kalın kaplama tabakası ise R5 numaralı deney numunesinde 1,85µm olarak; 0,50 Magnetron akımı (Ti), 0,90 Magnetron Akımı (MoS₂), 60 (-V) taban malzeme gerilimi ve 0,33 Pa çalışma basıncında elde edilmiştir.
- Söz konusu koşullarda üretilen MoS₂-Ti kaplamanın kalınlığı üzerine en etkin parametre MoS₂ magnetron akımı olmaktadır.
- Uygulanan kaplama koşullarında gerçekleştirilen MoS₂-Ti kaplamaları genel olarak gözenekli ve kolonsal bir yapıya sahip olmaktadır.
- 4. Gerçekleştirilen kaplamalarda elde edilen kristolografik yönlenme, kaplama yapısındaki titanyum oranına bağlı olarak değişmektedir.
- MoS₂ kaplamalarda yapıya katılan titanyum oranının artması MoS₂'ün (002) düzleminde büyümesini engellemektedir.
- En yüksek mikro sertlik değeri R3 numaralı deney koşulları ile üretilen numunede, en düşük mikro sertlik değeri ise R1 numaralı deney koşulları ile üretilen numunede elde edilmektedir.
- Nano ölçekte belirlenen en yüksek yüzey sertliği değeri, R4 numaralı deney koşulları ile üretilen numunede, en düşük yüzey sertliği değeri ise R7 numaralı deney koşulları ile üretilen numunede oluşmaktadır.

- 8. Atmosfer ortamında yapılan sürtünme ve aşınma deneylerinden en düşük sürtünme katsayısına kaplama parametrelerine bağlı olarak 0,066 olarak, 0,75 Magnetron Akımı (Ti), 0,60 Magnetron akımı (MoS₂), 30 (-V) taban malzemesi gerilimi ve 0,33 çalışma basıncıyla kaplanan deney numunesinde elde edilmiştir. En yüksek sürtünme katsayısı değerine ise 0,121 ile 0,75 Magnetron Akımı (Ti), 0,90 Magnetron akımı (MoS₂), 90 (-V) taban malzemesi gerilimi ve 0,26 Pa çalışma basıncıyla kaplanan deney numunesinde elde edilmiştir.
- 9. 5x10⁻³mbar vakum ortamında en düşük sürtünme katsayısı, kaplama parametrelerine bağlı olarak 0,056 değerinde, 0,25 Magnetron Akımı (Ti), 0,0 Magnetron akımı (MoS₂), 30 (-V) taban malzemesi gerilimi ve 0.26 çalışma basıncıyla kaplanan R1 numaralı deney numunesinde elde edilmiştir. En yüksek sürtünme katsayısı değerine ise 0,098 olarak 0,50 Magnetron Akımı (Ti), 0,60 Magnetron akımı (MoS₂), 60 (-V) taban malzemesi gerilimi ve 0,26 Pa çalışma basıncıyla kaplanan R2 numaralı deney numunesinde elde edilmiştir.
- 10. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında en düşük sürtünme katsayısı, kaplama parametrelerine bağlı olarak 0,059 olarak, 0,50 Magnetron Akımı (Ti), 0,60 Magnetron akımı (MoS₂), 90 (-V) taban malzemesi gerilimi ve 0,40 Pa çalışma basıncıyla kaplanan R9 numaralı deney numunesinde oluşmaktadır. En yüksek sürtünme katsayısı değeri ise 0,106 olarak 0,50 Magnetron Akımı (Ti), 0,60 Magnetron akımı (MoS₂), 60 (-V) taban malzemesi gerilimi ve 0,26 çalışma basıncıyla kaplanan R2 numaralı deney numunesinde oluşmaktadır.
- Atmosfer ortamında yapılan sürtünme ve aşınma deneylerinde en yüksek aşınma izi kesit alanı R8 numaralı numunede elde edilirken, en düşük aşınma kesiti alanı R4 numaralı numunede elde edilmiştir.
- 12. 5x10⁻³mbar vakum ortamında yapılan sürtünme ve aşınma deneylerinde en büyük aşınma izi kesit alanı R8 numaralı deney numunesinde elde edilirken, en küçük aşınma izi kesit alanı R1 numaralı deney numunesinde elde edilmiştir.
- 13. 8x10⁻⁶mbar vakum ortamında yapılan sürtünme ve aşınma deneylerinde en büyük kesit alanı R8 numaralı deney numunesinde elde edilirken, en küçük kesit alanı R1 numaralı deney numunesinde elde edilmiştir.

5. KAYNAKLAR

- Amaroa, R. I., Martinsa, R.C., Seabrab, J.O., Renevier N.M. ve Teer, D.G., 2005. "Molybdenum disulphide/titanium low friction coating for gears application", <u>Tribology International</u> 38 423–434.
- Arnell, R.D. ve Kelly P.J. 1999. "Recent advances in magnetron sputtering", <u>Surface and</u> <u>Coatings Technology</u> 112 170–176.
- Arslan E., Bülbül F. ve Efeoğlu İ., 2004. The Structural and Tribological Properties of MoS₂-Ti Composite Solid Lubricant, <u>Tribology Transactions</u>, 47, 2,218 226.
- Baran, Ö., 2007. "Kapalı Alan Dengelenmemiş Magnetron Sıçratma (CFUBMS) Yöntemi İle Büyütülmüş MoS₂-Nb Kompozit Filmlerin Farklı Ortamlarda Tiribolojik Özelliklerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, A.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Bhushan, B. 2000. Modern Tribology Handbook, CRC Press, New York.
- Blewett P. J., 1941. "Propagation of Electromagnetic Waves in a Space Charge Rotating in a Magnetic Field", Journal of Applied Physics.
- Bowden, F., P., ve Tabor, D., 1954. Friction and Lubrication of Solids, Part 1, Oxford University Press.
- BULL, S., J., 2006. "Surface coatings for protection against wear".
- Bunshah, F., R., 2001. Handbook of hard coatings, New York. Noyes Publications / William Andrew Publishing.
- Chermette, H., Rogemond, F., Beqqali, E., O., Paul, F., J., Donnet, C., Martin, M., J. ve Mogne, L., T., 2001. Lubricating properties of molybdenum disulphur: a density functional theory study, <u>Surface Science</u>, 472, 97-100.
- Efeoğlu, İ. ve Bülbül, F., 2005. Effect of crystallographic orientation on the friction and wear properties of Mo_xS_y–Ti coatings by pulsed-dc in nitrogen and humid air, <u>Wear</u>, 258, 852–860.
- Fox, V., Hampshire J. ve Teer D., 1999. MoS₂/metal composite coatings deposited by closed-field unbalanced magnetron sputtering: tribological properties and industrial uses, <u>Surface and Coatings Technology</u> 112 118–122.
- Fox, V., Hampshire, J. ve Teer, D., 1999. MoS₂/metal composite coatings deposited by closed-field unbalanced magnetron sputtering: tribological properties and industrial uses, <u>Surface and Coatings Technology</u>, 112 118–122.

- Gwidon, W., S. ve Andrew, W. B., 2001. Engineering Tribology, Second Edition, Butterworth-Heinemann., Woburn.
- Halling, J. 1989. Princibles of Tribology, Maccmillan, London.
- Hu, J., J., Bultman, J.,E.,Muratore, C., Phillips, B., S., Zabinski, J., S. ve Voevodin, A., A., 2009. Tribological properties of pulsed laser deposited Mo–S–Te composite films at moderate high temperatures, <u>Surface & Coatings Technology</u> ,203, 2322–2327.
- Kelly, P.,J. ve Arnell, R.,D., 2000. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications, <u>Vacuum</u> 56 159-172.
- Lauwerens, W., Wang, J., Navratil, J., Wieers, E., D'haen, J., Stals, L., M., Celis, J.,P. ve Bruynseraede, Y., 2000. "Humidity resistant MoS_x films prepared by pulsed magnetron sputtering", <u>Surface and Coating Technology</u>, 131 216-221.
- Liu, R., Y., Liu, J., J. ve Du, Z., 1999. "The cutting performance and wear mechanism of ceramic cutting tools with MoS₂ coating deposited by magnetron sputtering", <u>Wear</u>, 231, 285-292.
- Mattox, D., 2003. The foundations of vacuum coating technology, Noyes / William Andrew Publishing.
- Mattox, D., M., 1998. Handbook of physical Vapor Deposition (PVD) Processing: Film formation, Adhesion, Surface preparation and contamination control.
- Miyoshi, K., 2001. Friction and Wear Properties of Selected Solid Lubricating Films: Case Studies, National Aeronautical Space Administration, USA.
- Ohring, M., 1992. The materials science of thin films", Academic Press, London.
- Oliver, W., C. ve Pharr, G., M., 1992. "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments", J. Matter. Res., 7, 6.
- Ponssard, G., L., J., Moine, P. ve Villian, J., P., 1993. Thin Solid Films 224 52-57.
- Peterson, M., B., ve Johnson, R., L., 1954. Friction of Possible Solid Lubricants with Various Crystal Structures, NACA TN-3334.
- Renevier N.M., Hamphire J., Fox V.C., Witts T. ve Teer D.G., 2001. "Advantages of using self-lubricating, hard, wear-resistant MoS -based coatings", Surface and Coatings Technology 142-144, 67-77.
- Rigato, V., Maggioni, G., Patelli, A., Boscarino, D., Renevier, N.M. ve Teer, D., 2001. Properties of sputter-deposited MoS rmetal composite coatings deposited by closed field unbalanced magnetron sputter ion plating, <u>Surface and Coatings</u> <u>Technology</u> 131 206-210.

- Rigato, V., Maggioni, G., Boscarino, D., Sangaletti, L., Depero, L., Fox, V., C., Teer, D. ve Santini, C., 1999. "A study of the structural and mechanical properties of Ti-MoS₂ coatings deposited by closed field unbalanced magnetron sputter ion plating", <u>Surface and Coatings Technology</u>, 116–119, 176–183.
- Robert L., F., 1991. "Tribology Needs for Future Space arid Aeronautical Systems", NASA.
- Roberts, E., W., 1989. Ultralow Friction Films of MoS₂ For Space Applications, Thin Solid Film, 181, 461-473.
- Rossnagel, M., S., Cuomo, J., J. ve Westwood, D., W., 1990. Handbook of Plasma Processing Technology - Fundamentals, Etching, Deposition, and Surface Interactions.
- Savan, A., Simmonds, C., M., Huang, Y., Constable, P., C., Creasey, S., Gerbig, Y., Haefke, H. ve Lewis, B., D., 2005. Effects of temperature on the chemistry and tribology of co-sputtered MoSx-Ti composite thin films, <u>Thin Solid Films</u>, 489, 137-144.
- Seshan, K., 2002. Handbook of Thin-Film Deposition Processes and Techniques, 2nd edition.
- Simmonds, C., M., Savan, A., Swygenhoven, V., H. ve Pflüger, E., 1999. Characterisation of magnetron sputter deposited MoSx/metal multilayers, <u>Thin Solid Films</u>, 354, 59-65.
- Sliney, H., E., 1991. Solid Lubricants, NASA Technical Memorandum.
- Spalvins, T., 1991. Lubrication With Sputtered MoS₂ Films: Principles, Operation, Limitations, NASA Technical Memorandum 105292.
- Tracton A., A., 2006. Coatings Technology Handbook Third Edition, Taylor and Francis Group, USA.
- Wahl, K. J., Dunn, D. N. ve Singer, I. L., 1999. Wear behavior of Pb-Mo-S solid lubricating coatings, <u>Wear</u>, 230, 175-183.
- Wahl, K. J., Dunn, D. N. ve Singer, I. L., 2000. "Effects of Ion Implantation on Microstructure, Endurance and Wear Behavior of IBAD MoS₂", <u>Wear</u>, 237, 1– 11.
- Wang, Y., D., Chang, L., C., Chen, Y., Z. ve Ho, Y., W., 1999. Microstructural and tribological characterization of MoS₂–Ti composite solid lubricating film, <u>Surface and Coatings Technology</u>, 120-121, 629-635.
- Wasa, K., Kitabatake, M., ve Adachi H., 2004. Thin film materials technology: sputtering of compound materials, William Andrew, USA.

Window, B. ve Savvides, N., 1986, Unbalanced dc magnetrons as sources of high ion fluxes, journal of Vacuum Science Technology. A, A4, 2, 453-456.

ÖZGEÇMİŞ

Trabzon'un Maçka ilçesinde doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Zonguldak'ta tamamladı. 2002-2003 öğretim döneminde girmiş olduğu Karadeniz Teknik Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü'nden bir yıl hazırlık okuyup 2007 yılında mezun oldu. Aynı yıl Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde Yüksek Lisans öğrenimine başladı. Bir süre Türkiye Kömür İşletmeleri kurumunda makine mühendisi olarak çalıştıktan sonra, 2008 yılından beri Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde Araştırma Görevlisi olarak görev yapmakta olup, iyi derecede İngilizce bilmektedir.