



**MAGNETRON SICRATMA YÖNTEMİ İLE
BÜYÜTÜLEN TiNi/MoS₂ KAPLAMALARIN
YAPISAL, MEKANİK ve TRİBOLOJİK
ÖZELLİKLERİNİN
ARAŞTIRILMASI**

Ozan Can AKAR

**Yüksek Lisans Tezi
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Hikmet ÇİÇEK**

**2019
Her hakkı saklıdır.**



FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
YÜKSEK LİSANS TEZİ

MAGNETRON SIÇRATMA YÖNTEMİ İLE BÜYÜTÜLEN TiNi/MoS₂
KAPLAMALARIN YAPISAL, MEKANİK ve TRİBOLOJİK
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Ozan Can AKAR

Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Hikmet ÇİÇEK

Anabilim Dalı: Makine Mühendisliği

Erzurum

2019

Her hakkı saklıdır

T.C.
ERZURUM TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
TEZ ONAY FORMU

MAGNETRON SICIRATMA YÖNTEMİ İLE BÜYÜTÜLEN TiNi/MoS₂
KAPLAMALARIN YAPISAL, MEKANİK ve TRİBOLOJİK
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Dr. Öğr. Üyesi Hikmet ÇİÇEK danışmanlığında, Ozan Can AKAR tarafından hazırlanan bu çalışma 01 / 07 / 2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak **Oy birliği ile (.../...)** ile kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. İhsan Efeoğlu *İmza* :

Üye : Dr. Öğr. Üyesi İsmail Hakkı Korkmaz *İmza* :

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Hikmet Çiçek *İmza* :

Yukarıdaki sonucu onaylıyorum

Doç. Dr. Arzu GÖRMEZ
Enstitü Müdürü

Bu tez çalışması Tübitak tarafından 117M149 nolu proje ile desteklenmiştir.

ETİK KURALLARA UYGUNLUK BEYANI

Erzurum Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez içindeki tüm bilgilerin doğru ve tam olduğunu, bilgilerin üretilmesi aşamasında bilimsel etiğe uygun davrandığımı, yararlandığım bütün kaynakları atıf yaparak belirttiğimi beyan ederim.

01 / 07 / 2019

Ozan Can AKAR

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

MAGNETRON SIÇRATMA YÖNTEMİ İLE BÜYÜTÜLEN TiNi/MoS₂ KAPLAMALARIN YAPISAL, MEKANİK ve TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Ozan Can AKAR

Erzurum Teknik Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Hikmet ÇİÇEK

Bu çalışmanın amacı son yıllarda kullanımı yaygınlaşan katı yağlayıcı MoS₂ filmlerin şekil hafıza özelliğine sahip TiNi filmler ile beraber büyütülerek literatürde yeni bir tür olarak fonksiyonel tabakalı katı yağlayıcı kaplamaların üretilmesidir. MoS₂ filmlerin ani darbe direncini, titreşim sönümlemesini ve ilk sürtünme katsayısını iyileştirmeyi amaçlanmıştır. Kaplama yöntemi olarak kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi (CFUBMS) kullanılarak söz konusu fonksiyonel kaplamalar 52100 yatak çeliği ve D2 takım çeliği taban malzemeler üzerine büyütülmüştür. Büyütülen filmler Taguchi deney tasarımı yöntemine göre farklı seviyelerde büyütme gerçekleştirildi. TiNi filmlerin şekil hafıza özelliği göstermesi için kristal yapıda olması gerekir. Ancak üretilen TiNi filmler amorf yapıda biriktirildiği bilinmekte ve kristal yapı elde etmek için uygun bir ısı işleminden geçirilmesi gerekmektedir. TiNi kaplamanın kristal hale getirilmesi için uygun şartlarda 550°C de 1 saat süreyle ısı işlem yapılmıştır. İstenilen kristal yapı (oda sıcaklığında martenzitik içyapı) elde edildikten sonra numunelerin yüzeyine katı yağlayıcı tabaka olan MoS₂ filmler büyütülmüştür. Böylelikle fonksiyonel tabakalı TiNi/MoS₂ kaplamalar üretilmiştir. TiNi/MoS₂ filmlerin yapısal özellikleri XRD, SEM atmosfer ortamında tribolojik özellikleri Pin-on-disc aşınma testi ve mekanik özellikleri ise Vickers mikrosertlik test cihazıyla tespit edilmiştir. TiNi/MoS₂ filmlerin kimyasal kompozisyonu ve film kalınlığı sıçratma parametrelerine bağlı olarak değiştiği görülmüştür. Numunelerin aşınma oranları sıçratma parametreleri ve taban malzemeye göre farklılık gösterdiği ve aşınma oranı en düşük 0,35x10⁻⁵ olduğu belirlenmiştir. Ayrıca en yüksek sertlik değeri 436 Vickers ve en düşük sürtünme katsayısının da $\mu= 0,025$ olduğu tespit edilmiştir. Filmlerin aşınma direnci için kaplama parametrelerinin birbiri üzerinden birleşik bir etkiye sahip olduğu gözlemlenmiştir.

2019, 96 sayfa

Anahtar Kelimeler: TiNi, MoS₂, Katı yağlayıcı, CFUBMS, Aşınma, Sürtünme

ABSTRACT

MS. Thesis

INVESTIGATION of STRUCTURAL, MECHANICAL and TRIBOLOGICAL PROPERTIES of TiNi/MoS₂ COATINGS DEPOSITED by MAGNETRON SPUTTERING METHOD

Ozan Can AKAR

Erzurum Technical University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Mechanical Engineering

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Hikmet ÇİÇEK

The aim of this study is to produce functional layered solid lubricant coatings as a new type in literature by depositing the solid lubricant MoS₂ films with TiNi films having shape memory feature which has become widespread in recent years. It is aimed to improve the sudden impact resistance, vibration damping and initial friction coefficient of MoS₂ films. Using the closed area unbalanced magnetic field sputtering method (CFUBMS) as the coating method, the said functional coatings were grown on 52100 bearing steel and D2 tool steel base materials. The deposited films were carried out at different levels according to the Taguchi experimental design method. TiNi films must be crystalline in order to show shape memory. However, the TiNi films produced are known to be deposited in an amorphous structure and require proper heat treatment to obtain a crystalline structure. The TiNi coating was heat treated at 550°C for 1 hour under suitable conditions for crystallization. After obtaining the desired crystalline structure (martensite phase at room temperature), MoS₂ films which are solid lubricant layer were deposited on the surface of the samples. Thus, functional layer TiNi/MoS₂ coatings were deposited. Structural properties of TiNi / MoS₂ films were determined by XRD, SEM tribological properties in atmospheric conditions Pin-on-disc wearing tester and mechanical properties by Vickers microhardness tester in atmosphere. TiNi/MoS₂ films were found to vary depending on sputtering parameters the chemical composition and film thickness. It was determined that the abrasion rates of the samples differed according to the spatter parameters and base material and the lowest abrasion rate was found to be 0.35×10^{-5} . It was also found that the highest hardness value was 436 Vickers and the lowest coefficient of friction was $\mu = 0.025$. It has been observed that the coating parameters for the wear resistance of the films have a combined effect over each other.

2019, 96 Pages

Keywords: TiNi, MoS₂, Solid lubricant, CFUMBS, Wear, Friction

TEŞEKKÜR

Tez çalışmamın bütün aşamalarında sonsuz desteği, ilgisi, önerisi, çabaları ve eleştirileriyle yol gösteren, katkıda bulunan daha iyi çalışmalar ortaya koymam için yoğun çalışma temposunda bana vakit ayırıp her türlü yardımda bulunan saygıdeğer danışmanım ve hocam sayın Dr. Öğr. Üyesi Hikmet Çiçek'e en içten duygularıyla teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım.

Çalışmalarım boyunca bilgi ve tecrübesini benimle paylaşan ve laboratuvar çalışmamda yardımını ve deneyimlerini aktaran Sayın Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmamda bilgi ve tecrübesini benimle paylaşan ve bana zaman ayıran sayın Doç. Dr. Fatih YILDIZ ve sayın Arş. Gör. İlyas HACISALİHOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans tezi olarak sunduğum bu çalışma TÜBİTAK 117M149 nolu proje kapsamında gerçekleştirilmiş olup Erzurum Teknik Üniversitesi Makine Mühendisliği bölümünde yapılmıştır. Bu tez çalışmasının gerçekleştirilmesinde katkıda bulunan, TÜBİTAK kurumuna teşekkür ederim.

Yüksek lisans dönemimde yanımda olup maddi ve manevi desteğini hissettiğim değerli Şeyda ÖKSÜZ'e teşekkür ederim

Beni yetiştirip bu yaşlara gelmemde emeği olan annem Birgül AKAR, Babam Harun AKAR'a ayrıca kardeşlerim Bedirhan AKAR ve Hilal AKAR'a maddi manevi bütün destekleri için sonsuz teşekkür ederim.

Ozan Can AKAR

Temmuz / 2019

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ	10
2.1. Kaynak Özetleri.....	10
2.2. Kuramsal Temeller.....	16
2.2.1. TiNi şekil hafızası.....	16
2.2.2. Martenzitik dönüşüm.....	17
2.2.3. Şekil hafıza etkisi (ŞHE).....	20
2.2.4. Süper elastiklik (SE).....	21
2.2.5. TiNi alaşımlı ince filmler.....	22
2.2.6. Katı yağlayıcılar.....	29
2.2.7. Molibden Disülfür (MoS ₂) katı yağlayıcısı ve özellikleri.....	30
2.2.8. Yüzey kaplama Yöntemleri.....	33
2.2.9. Vakum ortamında kaplama.....	34
2.2.10. Fiziksel Buhar Kaplama (PVD).....	36
2.2.11. Sıçratma ile kaplama.....	38
2.2.12. Manyetik alanda sıçratma.....	40
3. MATERYAL ve YÖNTEM	45
3.1. Taban Malzemeler.....	45
3.2. Kaplama Sistemi ve Parametreleri.....	48
3.3. TiNi Alaşımlı Filmlerin Isıl İşlemi.....	51
3.4. Yapısal Özelliklerin Analizi.....	52
3.5. Mekanik ve Tribolojik Özelliklerin Belirlenmesi.....	54
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	57
4.1. Yapısal Özellikler.....	57
4.2. Mekanik Özellikler.....	73
4.3. Tribolojik Özellikler.....	75
5. SONUÇ ve ÖNERİLER	87

KAYNAKLAR	90
ÖZGEÇMİŞ	96



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

Açıklama

°	Derece
μ	Sürtünme katsayısı
μm	Mikrometre
A	Akım Birimi, Amper
D.C.	Doğru Akım
GPa	Basınç birimi, Gigapascal
K	Kelvin
HV	Vickers sertlik birimi
Pa	Basınç birimi, Pascal
RPM	Bir Dakikada Atılan Devir Sayısı
V	Gerilim birimi, Volt

Kısaltmalar

CFUBMS	Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
EDS	Enerji Dağılım Spektrometresi
PVD	Fiziksel Buhar Kaplama
SE	Süper Elastiklik
ŞHA	Şekil Hafızalı Alaşım
ŞHE	Şekil Hafıza Etkisi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskop
XRD	X Işını Kırınımı Ölçer

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1 ŞHA'ların Tarihsel Gelişimi	1
Şekil 1.2. Şekil hafızalı alaşımların dönüşümün şematik olarak gösterilmesi.....	3
Şekil 1.3. 1990'dan beri sıcaklık ve manyetik alan etkisiyle uyarılan ŞHA'ların yayın ve patent sayısındaki gelişimi	5
Şekil 1.4. Tribolojinin temel uygulamaları	6
Şekil 2.1. ŞHA'nın faz dönüşüm şeması	17
Şekil 2.2. Martenzitik dönüşüm şeması	18
Şekil 2.3. Faz dönüşüm sıcaklıklarının DSC yöntemiyle belirlenebilmesi	19
Şekil 2.4. Martenzit dönüşümlerde atomların yer değişmesi.....	20
Şekil 2.5. Şekil hafıza etkisi	21
Şekil 2.6 Şekil hafızalı malzemelerde süper elastiklik	22
Şekil 2.7. Magnetron sıçratma yöntemiyle büyütülen amorf yapıdaki TiNi alaşımlı ince filmlerin ısı işlem yardımıyla kristal yapıya dönüştürülmesinin XRD grafikleri ..	24
Şekil 2.8. Ni oranı ve ısı işlem süresine göre ince filmlerin tane boyutu ve Ms sıcaklığı grafiği	25
Şekil 2.9. TiNi alaşımlarının faz diyagramı	27
Şekil 2.10. TiNi alaşımının ana faz ve martenzit faz yapısında oluşan kristal yapıları ..	28
Şekil 2.11. B2 ve R fazlarının kristal yapıları	28
Şekil 2.12. MoS ₂ 'nin kristal yapısı	31
Şekil 2.13. Fiziksel buhar kaplama teknikleri.....	36
Şekil 2.14 Buhar kaplama yöntemi basit gösterimi	38
Şekil 2.15. Sıçratma mekanizması	39
Şekil 2.16. Sıçratma ile kaplama yöntemi.....	39
Şekil 2.17. Dengelenmiş ve Dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma.....	41
Şekil 2.18. Kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma	42
Şekil 2.19. Yapı-bölge modelleri	43
Şekil 3.1. Parlatma işlemi yapılmış taban malzeme örnekleri.....	46
Şekil 3.2. Hedef malzemenin geometrik boyutları.....	47
Şekil 3. 3. Bakır plakanın katı modeli.....	47
Şekil 3.4. Kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma sistemi (CFUBMS).....	48
Şekil 3.5. (a) Kaplam sisteminin şematik gösterimi, (b) numunelerin sisteme yerleştirilirken fotoğrafı	50

Şekil 3.6. Vakum ve gaz kontrollü ısıtma fırını	51
Şekil 3.7. TiNi alaşımlı filmlere uygulanan ısıtma parametreleri	52
Şekil 3.8. XRD cihazı.....	53
Şekil 3.9. Taramalı elektron mikroskobu	54
Şekil 3.10. Mikrosertlik ölçüm cihazı	55
Şekil 3.11. Tribometre test cihazı	55
Şekil 3.12. 3D Profilometre cihazı	56
Şekil 4.1. Farklı taban malzemeler üzerine büyütülmüş TiNi filmler.....	57
Şekil 4.2. Amorf XRD grafikleri	58
Şekil 4.3. Büyütülen TiNi filmlerin (amorf yapıda) kesit SEM görüntüleri	60
Şekil 4.4. TiNi filmlerin kimyasal kompozisyon analiz grafikleri	61
Şekil 4.5. Altı farklı sıcaklıkta ısıtma işlemine tabi tutulan TiNi filmlerin XRD grafikleri ...	63
Şekil 4.6. Farklı sıcaklıklarda ısıtma işlemine tabi tutulan TiNi kaplamaların kesit ve yüzey SEM görüntüleri.....	65
Şekil 4.7. Altı farklı sıcaklıkta ısıtma işlemi yapılan TiNi filmlerin DSC analiz grafikleri .	66
Şekil 4.8. 52100 çeliği numuneler üzerine büyütülen TiNi/MoS ₂ kaplamaların XRD grafikleri.....	68
Şekil 4. 9. D2 çeliği numuneler üzerine büyütülen TiNi/MoS ₂ kaplamaların XRD grafiği	69
Şekil 4. 10. Dört farklı parametrede büyütülen TiNi/MoS ₂ kaplamaların kesit görüntüleri	72
Şekil 4.11. D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS ₂ kaplamaların atmosferik şartlardaki sürtünme katsayısı (CoF) grafikleri	75
Şekil 4.12. D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS ₂ kaplamaların atmosferik şartlardaki aşınma izlerinin SEM ve 3D profilometre görüntüleri	77
Şekil 4. 13. 52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS ₂ kaplamaların atmosferik şartlardaki sürtünme (CoF) grafikleri	79
Şekil 4. 14.52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS ₂ kaplamaların atmosferik şartlardaki aşınma izlerinin SEM ve 3D profilometre görüntüleri.....	81
Şekil 4.15. D2 çeliğine büyütülen kaplamaların aşınma oranı-sertlik değeri grafiği.....	83
Şekil 4.16. D2 çeliğine büyütülen kaplamaların ortalama sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değeri grafiği.....	84
Şekil 4.17. 52100 çeliğine büyütülen kaplamaların aşınma oranı-sertlik değeri grafiği	85

Şekil 4.18. 52100 çeliğine büyütülen kaplamaların ortalama sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değeri grafiği85



ÇİZELGELER DİZİNİ

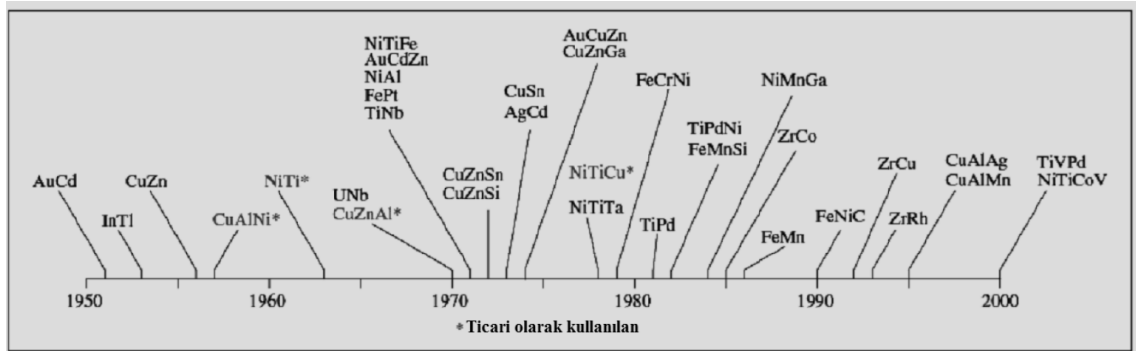
Çizelge 2.1. MoS ₂ 'nin karakteristik özellikleri	32
Çizelge 2.2. Yüzey kaplama teknikleri	34
Çizelge 3.1. Taban malzemelerin kimyasal kompozisyonu.....	45
Çizelge 3.2. TiNi kaplamalar için belirlenen kaplama parametreleri	49
Çizelge 3.3. MoS ₂ kaplamalar için uygulanan kaplama parametreleri	50
Çizelge 3. 4. Aşınma parametreleri.....	56
Çizelge 4.1. TiNi filmlerin atomik yüzde oranları ve kalınlık değerleri.....	62
Çizelge 4.2. 52100 çeliği üzerine kaplanan TiNi/MoS ₂ filmlerin yüzey EDS analizleri	70
Çizelge 4.3. D2 çeliği üzerine kaplanan TiNi/MoS ₂ filmlerin yüzey EDS analizleri.....	70
Çizelge 4.4. Büyütülen TiNi filmlerin (amorf) mikro sertlik değerleri	73
Çizelge 4.5. TiNi/MoS ₂ kaplamaların mikro sertlik değerleri	74
Çizelge 4.6. D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS ₂ kaplamaların atmosferik şartlarda aşınma izlerinin EDS analizleri.....	78
Çizelge 4.7. 52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS ₂ kaplamaların atmosferik şartlardaki aşınma izlerinin EDS analizleri.....	82
Çizelge 4. 8. TiNi/MoS ₂ kaplamaların atmosferik ortamda hesaplanan aşınma oranları	83

1.GİRİŞ

İnsanlık tarihinde ateşin icadından beri süre gelen zaman diliminde birçok gelişme meydana gelmiştir. Bu gelişmeler metalin bulunması ve daha sonra farklı metalik malzemelerin bulunup alaşımlandırılması en sonunda yeni alaşımlardan yeni özellikler kazandırma gayesi günümüze kadar devam etmektedir. Son yıllarda akıllı malzemeler alanında birçok yeni araştırmalar ve yenilikler ortaya çıkmıştır. Bunların en önemlilerinden biri de şekil hafızalı alaşımlardır(ŞHA). Şekil hafızalı alaşımlar deformasyona uğradıktan sonra ışık veya manyetik alan etkisiyle deformasyona uğramadan önceki şekline dönebilen malzemelerdir. Şekil hafızalı alaşımlar ilk başlarda sıcaklığın ve gerilimin etkisiyle büyük değerlerde şekil değişimine uğramasıyla ortaya çıkmıştır ve bu alandaki çalışmalara başlanmıştır.

İsveçli fizikçi Arne Ölander 1932 yılında, Altın-Kadmiyum (AuCd) alaşımlarına yapılan ısı işlemler sırasında ortaya çıkan yüksek miktarlardaki şekil değişimi incelenmiş olup meydana gelen bu şekil değişiminin belirli sıcaklık aralığında olduğu gözlemlenmiştir (Ölander 1932).

Bundan sonraki çalışmalarda 1963'lerde Naval Ordnance Laboratory Titanyum-Nikel (TiNi) alaşımının üzerine bir sigara düşmesi sonucu bu alaşımların şekil hafıza özelliğine sahip olduğu keşfedilmiştir (Buehler 1963). Bu keşiften sonra bu alaşımın üzerinde çalışmalar başlatılmış ve geliştirilmiştir. Bu alaşım 'Nitinol' (NiTi-Naval Ordnance Laboratory) adını almıştır. Şekil 1.1 de ticari olarak kullanılan ŞHA'ların tarihsel gelişimi gösterilmektedir.



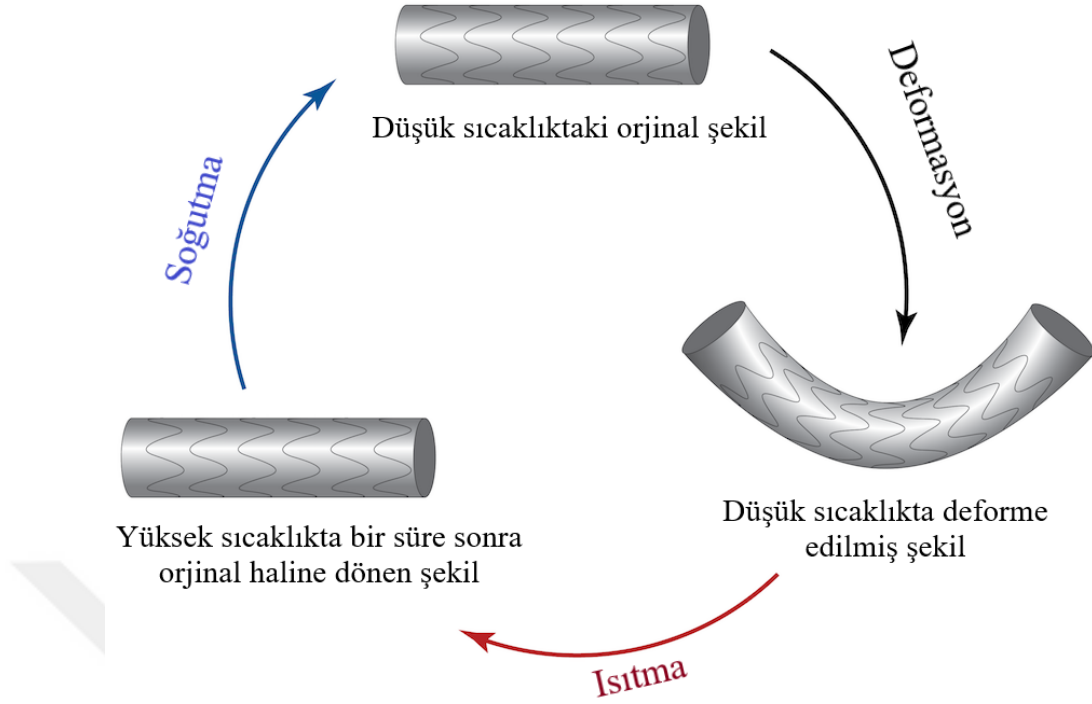
Şekil 1.1. ŞHA'ların Tarihsel Gelişimi (Shaw et al. 2008)

1. GİRİŞ

Günümüze gelindiğinde ŞHA'ların yaygın olarak kullanılması 3 ana grupta incelenir. Birincisi Cu esaslı (CuZnSn, CuZnAl vb.) , ikincisi Fe esaslı (FeCrNi, FeNiC, FeMnSi, vb.) ve son olarak TiNi esaslı malzemelerdir. Fe esaslı malzemeler hariç diğer iki türdeki malzemeler mühendislik uygulamalarına daha elverişli olduğu için demir esaslı malzemelere göre diğer iki tür malzeme mühendislik uygulamalarında daha çok kullanılmaktadır. Bu 3 tür malzeme arasından TiNi esaslı ŞHA'lar mühendislik uygulamalarında daha kullanılabilir ve biyo-uyumludur. Ayrıca bu tür ŞHA'larda yüksek gerilmeye(500 MPa) sahip olabilir ve büyük değerlerde tersinir boyut değişimi (yaklaşık %7) görülebilmektedir (Tanaka et al. 2010).

ŞHA'lar ağırlığına göre büyük miktarlarda güç üretimi veya hacmine göre kuvvet üretimi sağladığından ısıtma-soğutma sırasında yüksek şekil değişimi veya yüksek gerilmeyi sağlamaktadır. Ayrıca süper elastiklik, yüksek sönümlenme özelliği, yüksek kimyasal direnç ve biyouyumlu olma gibi birçok özelliğe sahip olması bu tür malzemelerin akıllı, fonksiyonel cihazlar ve uygulamalar yapmak için birincil malzeme olarak kullanılabilirliğini göstermektedir (Miyazaki 2009).

ŞHA'lar sıcaklığın etkisiyle orijinal şekline döndüğü için şekil hafızalı malzemeler arasında mühendislik uygulamaları açısından çok önemli bir potansiyele sahiptirler. Yüklenme durumundayken bile sıcaklık artışıyla beraber şekil değişimi oluşturduklarından yüksek devinim enerjisi yoğunluğu bulunmaktadır. ŞHA'lar çevrimli ve dinamik yükler altında histeristik şekil hafıza özelliğinden dolayı mekanik enerjiyi absorbe ederler ve boşaltabilirler. Bu özelliklerinde dolayı algılama, hareket, darbe emme ve titreşim sönümlenme gibi uygulamalarda yaygın olarak kullanılmışlardır (Logoudas 2008). Şekil 1.2 şekil hafızalı alaşımların faz dönüşümü şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 1.2. Şekil hafızalı alaşımların dönüşümünün şematik olarak gösterilmesi

Isı veya ışık etkisiyle orijinal şekline dönen bu malzemeler akıllı malzemeler olarak adlandırılır. Ayrıca ŞHA'lar medikal uygulamalar, otomotiv endüstrisi, havacılık sektörü ve uzay endüstrisi gibi alanlarda şekil hafıza özelliğinden dolayı yay, akıllı ve yenilikçi malzeme olarak kullanılmaktadır (Mckelvey and Ritchie 2001).

1960 ların sonuna doğru TiNi alaşımları Alicandri ve arkadaşı Johson tarafından implant malzemesi olarak kullanılmaya başlandı. Bu nedenle bu malzemenin değeri daha da arttı. TiNi alaşımlarının biyomalzeme olarak kullanılmasının en büyük nedenleri; alışlagelmiş metal alaşımlarında bulunmaya ısıl şekil hafıza etkisi, süperelastiklik ve korozyon özelliklerine sahip olmasıdır. TiNi tıbbi amaçlara uygun olarak ilk defa 70'li yıllarda kullanıldı. 1980 yıllarda ise dişçilik alanında dişlerdeki bozukluğu ve çarpıklığı engellemek için ayrıca deneysel ortopedik diz ürünlerde destek amaçlı kullanılmıştır. 1990 yılların ortalarına doğru tıp alanında stent olarak kullanımına başlanmıştır (Ryhanen 1999).

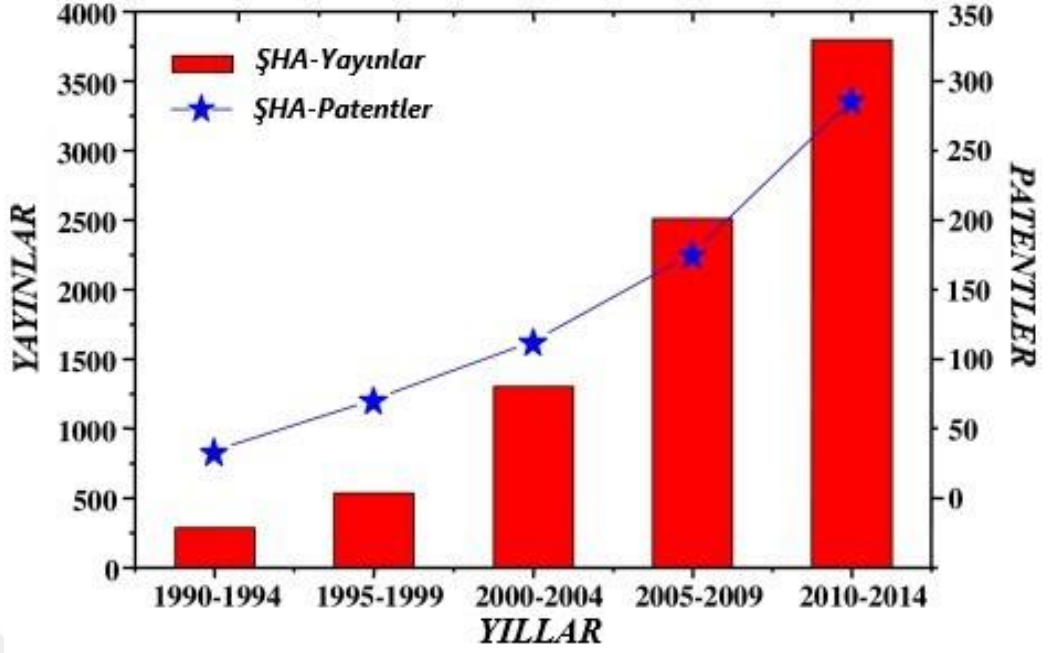
TiNi alaşımlarının şekil hafızalı filmleri şekil hafızalı malzemelerde önemli bir yere sahiptir. TiNi filmler, üzerinde en çok uygulama yapılan ve kullanılan şekil hafızalı

1. GİRİŞ

filmlerdir. Bu tür filmler genellikle magnetron sıçratma yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Bununla birlikte iyon demeti kaplama, flaş buharlaştırma, ark plazma iyon kaplama, gibi yöntemlerle üretimi sağlansa da bu yöntemler dezavantajlar kazandırmaktadır. TiNi filmler şekil hafıza davranışları, faz dönüşüm sıcaklıkları, süper elastiklik özellikleri filmin metalürjik niteliklerinden dolayı (ısıtma işlemi, yaşlandırma işlemi, kimyasal kompozisyonu, alaşım elementleri vb.), sıçratma koşullarından (çoklu hedef kullanma, hedefe uygulanan güç, kaplama ve ortamın sıcaklığı vb.) ve uygulama koşullarından (yüklenme durumları, ortam sıcaklığı, ısıtma ve soğutma oranı, gerilme oranı, çevrim sayısı vb.) etkilenmektedir (Namazu et al. 2006; Pan et al. 2014; Miyazaki et al. 2009; Kishi et al. 2013;). TiNi üstün mekanik özellikleri ve şekil hafıza etkisi sayesinde hem aktif hem de pasif uygulamalar için en yaygın kullanılan ve ticari olarak temin edilebilmesi sayesinde en yaygın şekil hafızalı alaşımlardandır (Sreekumar et al. 2007).

TiNi içerikli ince filmler Mikro elektro-mekanik sistemlerde de kullanılmaya başlanmıştır. İvmeölçer, jiroskop, mikro valfler, mikro basınç sensörleri, mikro tarama cihazı, optik anahtarlar gibi mikro ölçekli birçok cihazda kullanılmaktadır. Ayrıca bu filmlerin birim hacimdeki kuvvet getirisinin diğer mikro çalıştırıcı mekanizmalara göre fazla olmasından dolayı toplu uygulamalarda standart litografi teknikleri ile şekillendirilebildiğinde litografi alanındaki uygulamalar için gelecek vadeden bir malzeme türü olacaktır (Varadan and Varadan 2000; Wu and Schetky 2000).

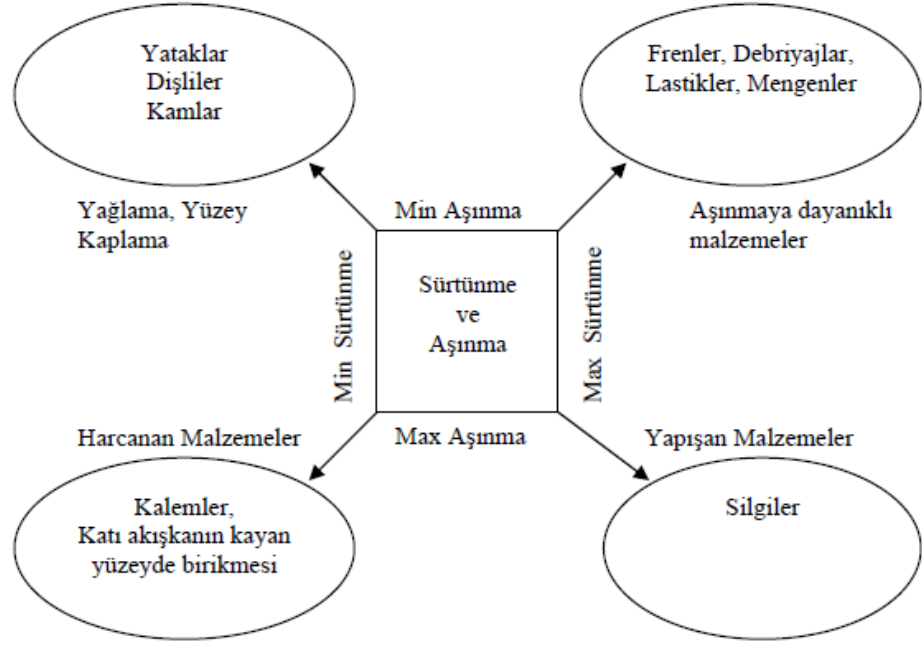
Bununla birlikte mikro sensörlerin, mikro aktüatörlerin, mikro yakalayıcıların, mikro pompaların TiNi ince filmler ile üretimi sağlanabilmektedir. Bunlara ek olarak yüksek sönümlenme kapasitesi TiNi filmleri mikro ölçekte titreşim sönümlenme uygulamaları için önemli bir malzeme yapmaktadır (Van Humbeeck 2001; Barth et al. 2010). Şekil 1.3 te 1990'dan beri sıcaklık ve manyetik alan etkisiyle uyarılabilen ŞHA'ların yayın ve patent sayısındaki gelişimini göstermektedir (Choudhary and Kaur 2016).



Şekil 1.3. 1990'dan beri sıcaklık ve manyetik alan etkisiyle uyarılan ŞHA'ların yayın ve patent sayısındaki gelişimi (Choudhary and Kaur 2016)

Birbirlerine göre izafi hareket yapıp ve temasta olan iki ya da daha fazla makine elemanında sürtünmeler ve aşınmalar oluşur. Buna bağlı olarak malzemelerde sıcaklık artışı ve enerji kayıpları oluşmaktadır. Aşınma ve sürtünmeden oluşan olumsuzlukları giderebilmek için alınması gereken en önemli tedbirlerin başında yağlama gelmektedir. Birbirlerine göre izafi hareket eden iki ya da daha fazla elemanın sürtünmesini ve yağlaması gibi konuları inceleyen bilim dalına triboloji denilmektedir. Şekil 1.4.'de tribolojinin temel uygulamaları gösterilmektedir. Triboloji bilim dalı birinci önceliği aşınmadan dolayı oluşan olumsuzluklardır.

Aşınma yüksek miktarlarda malzeme kaybına ve makine elemanlarının performansını olumsuz yönde etkilemektedir. Aşınmanın azalmasını sağlamak gibi bir yol bulunursa bu yüksek miktarlarda tasarruf sağlar. Bu azalış sürtünmenin iyileşmesi ile oluşabilir, sürtünme iyileşmesi enerji kaybını engeller (Baran 2007).



Şekil 1.4. Tribolojinin temel uygulamaları

Triboloji bilim dalı çalışmalarının gelişmesi ve gelişmeye açık olmasının en büyük nedenlerinden biri ekonomik yönüdür. Öyle ki Amerika’da sürtünme ve aşınmanın giderilmesiyle yıllık yaklaşık 100 milyar dolar tasarruf edilebileceği belirlenmiştir. Yaklaşık 100 milyar dolar maliyet en basit makine parçalarından otomotiv, uçak ve uzay endüstrisine kadar bulunan mekanik sistemlerde ki en büyük parçadan en küçüğüne kadar aşınma veya sürtünme meydana gelmektedir bu sorunlarından oldukça büyük problemler oluşturabilmektedir. Bunu bir örnekle açıklayacak olursak bir otomobil üretiminde harcanan enerji miktarı o otomobilin 160 bin kilometre çalıştıktan sonra harcayacağı enerji miktarına eşittir. En küçük bir parçası bile tahrip olduğunda bir hava taşıtının tamamı hasara uğrayacağı için ekonomik kayıpların en maddi hasarlı örneklerinden biridir. Aşınma ve sürtünmede oluşan kayıplar veya kazançlar ulusal güvenlik ve hayati önem taşıyan durumlarda büyük önem arz etmektedir. Bu nedenle hareketli ve temas halinde bulunan malzemelerin tahribatlarını engellemek için planlanan tribo malzemeler yıllardır makine, malzeme ve kimya mühendislerinin ilgi alanlarına girmektedir. Bu çalışmalara rağmen sürtünme ve aşınmanın kökenleri hakkında hala çok az bilgiye sahip olmamız şaşırtıcıdır (Krim 2002).

1. GİRİŞ

Aşınma ve korozyon mühendislik malzemelerinin kullanılmasını kötü yönde etkiler. Bunun sonucunda ekonomik kayıplar örneğin köprülerin yıkılması, gemi batmaları, uçak düşmeleri, otomobil bozulmaları gibi kazalara neden olurlar. Aşınma ve korozyonun olumsuz etkilerinden korunmak için birçok yöntem bulunmaktadır. Bunlardan biri özel olarak sadece aşınma ve korozyon direnci yüksek malzemeler üretmek ki bu çok pahalıdır. Aşınma ve korozyon olayı yüzeyde gerçekleşen olaylardır, bu nedenle yüzey kaplaması yapmak malzemenin performansını artırmak ve maliyet olarak tasarruf etmek için en etkili yöntemlerden biridir. Yüksek sıcaklıklarda kullanılan mühendislik malzemelerinin performansını artırmak için asal ve refrakter özellikli sert kaplanmış malzemeler kullanılmalıdır. Aşınma ve korozyonun olumsuz etkilerini en aza indirgeyebilmek için kompozit malzemeler, metal alaşımlar ve ileri seramik malzemeler gibi mühendislik malzemeleri gerekmektedir (Bunshah 2001).

Aşınma ve sürtünmeyi engellemek amacıyla yapılan sert kaplamalarda birçok gelişme yaşanmıştır. Bunun sonucunda mühendislik malzemelerinde sert kaplamalar kullanmak, gereklilik veya bir kural değil istisna olmaktadır. Sert ve ince kaplanmış malzemelerde plastik deformasyonların kaplamalarda değil de taban malzemelerde başladığı sayısal ve deneysel analizler vasıtasıyla tespit edilmiştir. Taban malzeme çok yumuşak olduğunda kaplama elastik ve plastik deformasyonu engelleyemeyecek bunun sonucunda kaplama kırılacak ya da taban malzemedan ayrılacaktır. Bu hasardan sonra makine elemanı çalışamaz duruma gelmektedir. Bozunma olmadan taban malzemede ki plastik deformasyona dayanabilecek kaplama örnekleri bulunmasına rağmen, düşük kalınlıkta ki kaplamaların çoğu kırılıgandır (Podgornik 2001).

Sert kaplamalar mühendislik malzemelerinin ve makine elemanlarının kullanım koşullarını sınırlayan birçok etken vardır. Ayrıca kaplamalar karşı(sürtünen) yüzeylerde düşük sürtünme katsayısı ve dış etmenlerden koruma gibi özellikleri karşılayamazlar. Kaplamalar çok sert olduğu için pürüzlü bir yüzeye sahipse abrazyon vasıtasıyla karşı yüzeyin hızla aşınmasına sebep olabilir. Bununla beraber kaplama, malzemelerin arasında abrazif bir parçacık görevi görür. Bu gibi nedenlerden ötürü bu kaplamalar yağlayıcı görevi görmezler. Sert kaplamalar karşı yüzeyde tesirli bir transfer filmi görevi görmezler. Birbirine göre izafi hareket edip sürtünen mekanizmalar düşük aşınma direnci, küçük miktarlarda sürtünme kuvveti ve düşük sürtünme katsayısı sağlayacak, ayrıca karşı

1. GİRİŞ

yüzeyi koruyup düşük sürtünme sağlayan transfer filmi oluşturacak yağlayıcı seçimi yapılmalıdır (Arslan 2003).

Sürtünme ve aşınmayı azaltmak için 2 tür önlem alınabilir. Bunların birincisi ve günümüzde en çok kullanılan birbirine göre izafi hareketli 2 farklı katı yüzeyler arasında akışkan (sıvı yağ) ya da katı (grafit, PTFE, MoS₂) yardımıyla yağlama yapılmasıdır. İkinci yöntem ise bu makine elemanının ya da malzemelerin yüzeylerine uygun yüzey işlemleri gerçekleştirmektir (Baran 2007).

Hareketli yüzeyler arasında uygulanacak etkin bir yağlama sonrasında sürtünme ve aşınma önemli miktarlarda azalmaktadır. Sıvı yağlayıcı ve greşler yıllardır temas basınçlarını azaltmak, sürtünmeleri sınırlamak ve kayma olayını kolaylaştırmak gibi nedenler için kullanılmaktadır. Buna rağmen sıvı yağlayıcılar, günümüz teknolojisinin ihtiyacını karşılamakta güçlük çekmektedir. Kullanılan sıvı yağlayıcılar korozyon, aşırı yüklenme, oksidasyon, yüksek hız ve düşük basınç gibi şartlarda yağlayıcı özelliklerini kaybederler. Yaklaşık 300-400 °C üzeri sıcaklıklarda bu tür yağlayıcılar yağlama özelliğini yitirirler. Sıvı yağlayıcıların buharlaşması ve kirlilik oluşturması yüzünden elektronik, gıda ve optik sanayinde kullanımı azaltılmıştır. Bu tür yağlayıcılar yüksek sıcaklıklarda çözünme veya oksit oluştururlar. Farklı bir açıdan bakıldığında sıvı yağlayıcılar kısa sürede özelliğini kaybederler ve sürekli değiştirilmek zorunda kalırlar bu sebepten ötürü maliyetleri artmaktadır. Sıvı yağlayıcıların dezavantajları katı yağlayıcıların araştırılması ve geliştirilmesi ve kullanımının önünün açılmasında etkin rol oynamaktadır (Arslan 2003).

Katı yağlayıcılar günümüzde de yeni karşılaştığımız malzeme türlerinden biri olsa da eskiden beri üzerinde çalışılmış malzemelerdendir. Uçak sanayisinin jet motorunun gelişimi aşamasında 1950'lere gelindiğinde yüksek sıcaklıklara dayanabilecek bir katı yağlayıcı elde etmek adına birçok araştırma laboratuvarları kurulmuş olup burada yapılan çalışmalarda kazanılmak istenilen özelliklerin elde edildiği görülmüştür. 1960'lı yıllarda gelindiğinde ise katı yağlayıcıların uzay şartlarından daha etkili olacağını belirtmesi uzay endüstrisinde katı yağlayıcıların kullanımının önünü açmıştır. 1940'lı yıllarda kullanımı başlayan MoS₂ (Molibden Disülfür) günümüze gelindiğinde diğer katı

1. GİRİŞ

yağlayıcılara göre daha fazla kullanım alanına sahip olduğu gözlenmektedir (Miyoshi 1998).

Hegzagonal yapıya sahip MoS₂ kaplamalar, uydular, uzay taşıtları, hassas yatak uygulamaları, hava sensör yatakları ve serbest mekanizmalarda katı yağlayıcı göreviyle kullanılmaktadır. Sıvı yağlayıcılar göre düşünüldüğünde MoS₂, düşük gaz basıncı ve gaz çıkarması sebebiyle vakum ortamlarından kullanıma sıbı yağlayıcılardan çok daha elverişlidir (Hilton and Fleischaur 1992). Anizotropik bir kristal tabakalı yapıya sahip olan MoS₂, üçgen prizmanın köşelerinde bulunan 6 tane sülfür atomu ve eşit uzaklıktaki molibden atomlarından oluşmaktadır. Sandviç yapıya sahip olan MoS₂ güçlü bir kovalent bağa sahip olup sandviçler arasında ise zayıf olan Van de Waals bağlarına sahiptir. MoS₂ tabakaları arasında bulunan zayıf bağ düşük kayma gerilmesine neden olur. Bunun sonucunda düşük kayma gerilmesi kayma doğrultularında düşük sürtünmeye sebep olur. Bu durumun sonucunda şöyle bir çıkarım söz konusudur; çok kristalli yapıya sahip filmlerde, yağlamadan iyi bir sonuç almak için bazal düzlemler kayma yönünde (kayma yönüne paralel) yönlenebilir. MoS₂ film ile taban malzeme arasındaki adezyonu kenar düzlemleri boyunca oluşturur ve bu da filmin aşınma ömründen önemli miktarlarda iyileşme sağlar. Film ve taban malzeme arasında adezyonun artışı aşınma ömrünün de arttığını göstermiştir ve MoS₂ film yönlenebilir olduğu durumlarda sürtünme katsayısının azalmasında etkin bir rol oynadığı gözlemlenmiştir (Aubert et al. 1990; Monge et al. 1994; Jayaram et al. 1994; Waghray et al. 1995).

Literatürde TiNi ve MoS₂ kaplamaların ayrı ayrı üretildiği görülmektedir. Bu tez çalışmasında literatürde ilk defa TiNi ve MoS₂ kaplamaların ikisinin birlikte magnetron sıçratma yöntemiyle üretilmiştir. Ayrıca 2 farklı taban malzeme kullanılarak farklı türlerdeki malzemelerin tribolojik özellikleri incelenmiştir. Bunun yanı sıra farklı ısıl işlem parametreleriyle beraber bir çok farklı proseste optimum değerler aranmıştır. Bu çalışmada üretilen filmlerin yapısal ve mekanik özellikleri araştırılmıştır. Çalışmada kaplamaların tribolojik özelliklerini pin-on-disk aşınma testleriyle belirlenmiştir. Yapısal özellikler XRD, EDS ve SEM ile faz dönüşüm özelliklerini de DSC analizi ile belirlenmiştir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Kaynak Özetleri

Fu ve arkadaşları film kalınlığının TiNi (%50,2Ti) bileşik içeriğine sahip filmlerde faz dönüşüm sıcaklığı üzerine etkilerini incelemiştir. Filmler çok ince olduğunda yüzey oksidi ve ara yüzey difüzyon tabakaları baskın etki gösterdiğinde yüksek kalıntı gerilme ve düşük toparlanma gerilmesi oluştuğunu gözlemlemiştir. Ayrıca oluşan yüzey oksidi ve difüzyon tabakaları faz dönüşüm sıcaklıklarını sınırlar ve TiNi filmlerin kimyasal kompozisyonlarının değiştirebileceklerini keşif etmişlerdir. Bunun sonucunda şekil hafıza etkisi alabilmek için en düşük film kalınlığının yaklaşık 100 nanometre olması gerektiğini ortaya koymuşlardır. Elde ettikleri sonuçlarda maksimum toparlanma gerilmesi ve optimum çalışma hızını yaklaşık 800 nanometre kalınlığında gerçekleştiğini göstermektedirler (Y. Q. Fu et al. 2006).

Chen ve Ting TiNi şekil hafıza alaşımını ince filmleri magnetron sıçratma yöntemiyle üretmiştir. Ürettikleri bu filmlerin amorf yapıda olduklarını keşfetmişlerdir. Bu amorf yapılardan kristal yapı elde edebilmek için 500°C - 600°C ısı işlem uygulamışlardır. Sıçratma oranının biriktirme basıncına etkisi az da olsa gözlemlenmiştir. Buna rağmen kimyasal kompozisyonun üretim sırasındaki biriktirme basıncına bağlı olduğunu belirlemişlerdir. Amorf TiNi ince filmlerin kristalleşme davranışlarının döküm yoluyla elde edilen bulk TiNi'lere göre farklı olduğu bulunmuştur. Elde ettikleri veriler sonucunda TiNi ince filmlerin aktivasyon enerjileri bulk TiNi'lere göre daha yüksek seviyelerde olduğu belirtilmektedir (Chen and Ting 2001).

Zhang ve Farhat Şekil hafızalı alaşımlardan olan TiNi'nin süper elastik davranışı ve şekil hafıza etkisi gibi üstün özelliklerinden dolayı araştırmaya değer bir alaşım olduğunu belirtmektedirler. Bu alaşımların süper elastik özelliğinin geri dönüşümlü bir martenzitik dönüşüm olduğunu göstermişlerdir. Bu metalik malzemenin yüksek aşınma direnci uygulamaları ve yüksek elastik geri kazanım uygulamaları için önemli bir mühendislik malzemesi olduğunu dile getirmişlerdir. Çalışmalarında süper elastik davranışı tam olarak anlaşılabilmesi için daha fazla tribolojik uygulamalar yapılması gerektiğini vurgulamışlardır. Çalışmalarında aşınma deneyleri oda sıcaklığında ve kuru

2. KAYNAK ÖZETLERİ

ortamlarda gerçekleştirmişlerdir. Farklı parametrelerde ürettikleri TiNi'lerde aşınma ve sürtünme özellikleri açısından pek farklı sonuçlar elde etmemelerine karşın süper elastik özellikli TiNi'ni aşınma direnci Saf Titanyumdan yaklaşık 30 kat saf Nikel den yaklaşık 10 kat daha yüksek olduğu sonucuna varmışlardır (C. Zhang and Farhat 2009).

Fu ve arkadaşları sıçratma yöntemiyle oluşturdukları filmleri eşit atomik TiNi hedef ve saf Ti hedefle farklı sıçratma parametreleriyle üretmişlerdir. Camlar üzerine biriktirilen TiNi filmlerin kalıntı gerilmeleri eğrilik ölçme yöntemi uygulayarak sonuç almışlardır. Kalıntı gerilmelerin gaz basıncı, kimyasal kompozisyon, biriktirme sıcaklığı ve tavlama sıcaklığı gibi farklı parametrelerden etkilendiği vurgulanmıştır. Isıl işlemin ardından kristalize edilmiş TiNi filmler martenzit fazından östenit fazına çıkarılırken büyük gerilmelere sahiptir ve bu gerilmelerin östenit fazından tekrar martenzit fazına geçişte önemli ölçüde azaldığı gözlemlenmiştir. Çalışmalarının sonucunda martenzit dönüşüm sırasından kimyasal kompozisyon en baskın karakter olarak göze çarparken biriktirme oranları, tavlama sıcaklıkları ve sürelerine göre kalıntı gerilmelerin farklılaştığı gözlenmiştir (Y. Fu et al. 2003).

Çiçek ve Efeoğlu TiNi içerikli filmlerin mikro pompa ve mikro aktüatör vb. mikro elektronik mekanik sistemlerde kullanımı arttığını belirtmişlerdir. Ayrıca bu filmlerin taban malzemeye yapışması ve yorulma direnci üzerine uygulamalar yapmışlardır. Çalışmalarında TiNi ince filmlerin martenzit ve östenit fazlarının yapışma ve yorulma özelliklerini araştırmışlardır. TiNi filmleri bakır ve camlar üzerine magnetron sıçratma yöntemiyle biriktirmişlerdir. Filmlerin yapısal özelliklerini XRD, EDS ve SEM cihazları yardımıyla belirlemişlerdir. Faz dönüşüm sıcaklıklarını DSC yardımıyla belirlemişlerdir. Çalışma sonucunda bakır üzerine kaplanan TiNi ince filmlerin Silisyum üzerine kaplanan TiNi ince filmlerden en azından 10 kat daha yüksek yapışma sağladığı ve daha yüksek yorulma direnci kazandırdığı göstermişlerdir (Çiçek ve Efeoğlu 2016).

Kumar ve arkadaşları magnetron sıçratma yöntemiyle üretilen TiNi filmleri TiNi içeriğe sahip bir hedef yardımıyla üretmişlerdir. Nano sertlik testleri numunelerine uygulamışlardır. Filmlerin kimyasal kompozisyonunu XRD yöntemiyle belirlemişlerdir. Bir AFM cihazı kullanılarak filmlerin yüzey topografyası görüntülenmiştir. Bunun sonucunda yüzeydeki girinti ve çıkıntılar görüntülendiğinde yüzey pürüzlülüğünün fazla

2. KAYNAK ÖZETLERİ

olduğu belirlenmiştir. Bu çalışmada iki amaç bulunmaktadır. Bunlardan birincisi filmin gerçek sertliğini elde edebilmek için nano boyuttaki girinti ve çıkıntı verilerinden elde etmektir. İkinci amaç ise yüzey pürüzlülüğünün istatistiksel bir modeli yardımıyla girinti ve çıkıntılardan filmin oluşumu sırasındaki temas mekanizmasını analiz etmektir. Pürüzlülüğe ilişkin çeşitli mekanik veriler elde edilmiş ve TiNi filmlerin deformasyon davranışının sertlik miktarı arttıkça değiştiğini göstermektedir (Kumar et al. 2006).

Motemani ve arkadaşları çalışmalarında TiNi ve saf Titanyum hedef malzemelere vasıtasıyla Titanyum oranı yüksek TiNi ince filmler magnetron sıçratma yöntemiyle üretmişlerdir. Bu TiNi filmleri hızlı ısıtma işlemi (Rapid Thermal Anneal) tabii tutmuşlardır. Bu alaşımlara ısıtma işlemi 773° K sıcaklıkta birkaç saniye için gerçekleştirmişlerdir. İkinci olarak filmlere 773° K sıcaklıkta 240 saniye hızlı ısıtma işlemi yapıldı ve bunun sonucunda düşük dereceli vitroz(camsı) fazda olduğu gözlemlenmiştir. Yaptıkları analizler sonucunda kristalize olmuş filmlerin yapısal özelliklerinde farklılıklar gözlemlenmiştir. Elastisite modülünün değeri elektronla bağlı olması ve kristal filmlerin yoğunluğu hakkında çalışmalar yapılmıştır. Hızlı ısıtma işlemi yöntemiyle kristalize edilmiş filmlerin birinci yöntemle kristalleştirilen filmin ikinci yöntemle göre elastisite modülünün daha birbirine yakın olduğu gözlemlenmiştir. Bu çalışma sonucunda hızlı ısıtma işlemi yöntemiyle şekil hafızalı ince film numunelerin kristalize edilmesini önermektedirler (Motemani et al. 2011).

Wu ve arkadaşları şekil hafıza alaşımına sahip TiNi ve TiNiCu numunelerini plazma nitrürleme yapılmış ve yapılmamış olanlarla beraber aşınma testlerine, asit daldırma testine ve elektrokimyasal potansiyodinamik testine tabii tutmuşlardır. Deneyin sonucunda plazma nitrürlenmemiş her iki çeşit numunenin hidroklorik asit ve sülfürik asit çözeltileri tarafından kolayca nüfuz edildiği gözlemlenmiştir. Buna karşın plazma nitrürleme yapılmış malzemelerin korozyon özellikleri gözle görülür bir şekilde geliştiği gözlemlenmiştir. Yüksek korozyon direncine sahip plazma nitrürleme yapılmış şekil hafızalı TiNi ve TiNiCu numunelerin en dış kısmında titanyuma bağlanmış azot atomu(TiN) oluşur. TiNi/TiN tabakaları vasıtasıyla sertleştirilmiş şekil hafızalı malzemeler yüzeyde ki TiN oluşumu sayesinde yüksek aşınma direnci ve düşük sürtünme katsayısı gösterdiği vurgulanmıştır (Wu et al. 1997).

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Dilibal çalışmasında şekil hafızalı alaşım üretmek için titanyum ve nikel malzemeleri ticari olarak satın almış ve faz diyagramı yardımıyla eşit atomik yapıda olacak şekilde ayarlayıp vakum ark ve indüksiyon ocakların da 21 adet döküm sonucu numunelerini üretmiştir. Başarılı olarak elde ettiği 4 farklı numunenin karakterizasyonunu yapmak için DSC analizleri yapılmış ve faz dönüşüm sıcaklıklarını elde edilmiştir. Farklı büyütme oranlarında mikro yapıları görüntülenmiş, Vickers sertliklerini elde etmiş, XRD cihazı vasıtasıyla faz analizlerini elde etmiş ve şekil hafıza kapasitelerini şekil hafıza eğitimi deneyleriyle beraber gözlemlenmiştir. Ürettiği TiNi alaşımlardan en yüksek şekil hafıza özelliği gösteren numunesinin EDS analizleri sonucunda Titanyum oranının %50.1 olduğu belirlenmiştir. Aynı numunenin DSC analizi yardımıyla martenzit başlangıç ve bitiş sıcaklıkları, östenit fazın başlangıç ve bitiş sıcaklıkları elde edilmiştir. Üretilen TiNi alaşımın en iyi sonucu veren numunesi için ısıl işlem kalıpla beraber fırında 10 dakikada 550°C beklemesi devamında suda soğutma yapılarak en yüksek oranda şekil belleği elde edilmektedir. Şekil hafıza eğitimi deneyleri sonucunda şekil hafızası verilmiş malzeme deformasyona uğratılmıştır. Deformasyona uğratıldıktan sonra östenit sıcaklığının üstüne ısıtıldığı zaman aynı anda orijinal şekline dönüşmesi engellendiğinde orijinal şekline geri dönüşüm hafızasını büyük oranlarda kaybettiği gözlemlenmiştir. Ürettiği en iyi sonucu veren numunede şekil hafıza eğitimi sırasında orijinal şekline dönüşü engellenip sıcaklığın da 500°C üstüne çıkarıldığında TiNi alaşımının eski belleği tamamen yitirdiği gözlemlenmiştir (Dilibal 2008).

Çiçek çalışmasında TiNi esaslı şekil hafızalı ince filmleri magnetron sıçratma yöntemiyle üretmiştir. Sonradan ısıl işlem gerekmeksizin direkt olarak kristal yapı şeklinde üretilmesi yapısal, adezyon, yorulma, mekanik özelliklerini araştırılması ve şekil hafıza özelliğinin tayin edilmesi ve örnek olacak bir mikro elektro-mekanik sistem uygulaması yapmıştır. Çalışmasında 4 farklı ön test uygulaması yaparak hangi parametrelerde direkt olarak kristal yapıya ulaşabileceğini belirlemiştir. Taban malzemeye pulsed dc, hedefe de sabit akım uygulandığında filmlerin büyütülmesi açısından iyi bir sonuç gözlemlenmiştir. Yapılan ön hazırlıklardan sonra 9 farklı kaplama parametresine göre TiNi filmler üretilmiştir. Bu filmlerden bir tanesinde tamamen kristal yapıdan oluşan bir film üretilmiştir. Şekil hafızalı TiNi filmlerin yapısal özelliklerini EDS, SEM ve XRD analizleriyle, mekanik özelliklerini ise mikro sertlik testi ve adezyon durumunu çizik testiyle, yorulma dayanımını da multi-pass çizik testleriyle elde etmiştir.

DSC analizleriyle de faz dönüşüm sıcaklıkları belirlenmiştir. Örnek bir mikro elektro-mekanik sistem uygulaması tasarlanıp, şekil bellek etkisi test edilmiştir. Bu çalışma sonucunda eş atomik ince TiNi film üretmek için eş atomik TiNi hedeften büyütülecek filmler için nikelin atomsal oranın fazla olmasından dolayı kaplama yapılırken ek olarak saf titanyum hedef kullanmak gerektiği vurgulanmıştır. Ayrıca literatürde ikinci bir yöntem kullanmadan yalnızca magnetron sıçratma yöntemiyle kaplanması sonucunda tamamıyla kristal yapıya sahip TiNi filmler üretilmiştir (Çiçek 2015).

Arslan çalışmasında MoS₂ katı yağlayıcının tribolojik özelliklerini iyileştirmek için MoS₂ ve Ti kompozit filmlerin farklı taban malzemeler üzerine magnetron sıçratma yöntemiyle büyütülmüştür. Filmlerin yapısal, tribolojik ve mekanik özelliklerini etkileyecek olan kaplama parametrelerini 9 farklı seviyede belirlemiştir. MoS₂ ve Ti kompozit filminin yapısal özellikleri XRD ve SEM yardımıyla atmosfer ve azot ortamlarındaki tribolojik özellikleri de aşınma testiyle ve mekanik özellikleri de Vickers mikrosertlik cihazı vasıtasıyla belirlenmiştir. Üretilen MoS₂-Ti kompozit filmlerinin kimyasal bileşiminin farklı sıçratma parametreleriyle gözle görülür miktarlarda etkilendiği görülmüştür. Üretilen filmlerin tamamıyla amorf ya da tamamıyla kristal mikro yapıya sahip olmadığı belirlenmiştir. Yani bu filmler yarı kristal yarı amorf yapıda oluşmuşlardır. MoS₂'nin kristal yapıda olduğu 2 farklı düzlem kısmen oluştuğu gözlemlenmiştir. Kimyasal kompozisyonun Titanyum miktarı artışında sürtünme katsayısının az miktarlarda da olsa arttığını fakat aşınma oranlarında bir düşüş tespit edildiği vurgulanmaktadır. Titanyum oranına göre MoS₂ ince filmlerinde neme karşı hassasiyetinin azaldığını ve azotlu ortamda ise MoS₂ filmlerinin dayanımı arttığı gözlenmiştir. MoS₂-Ti den oluşan kompozit filmleri optimum parametreleri belirlenmiştir (Arslan 2003).

Baran çalışmasında MoS₂-Niobium kompozit filmleri magnetron sıçratma yöntemiyle üretilmiştir. Filmlerin tribolojik özellikleri farklı tribotestler yardımıyla farklı ortamlarda incelenmiştir. Kompozit filmin yapısal ve mekanik özellikleri EDS, SEM, XRD ve mikro sertlik test analizleriyle belirlenmiştir. Farklı atmosfer şartları altında aşınma ve çizik testleriyle de adezyon ve yorulma özellikleri belirlenmiştir. MoS₂ Nb kompozit filmleri de anizotropik kristal ve yoğun yapılar gözlemlenmiştir. MoS₂ filmleri için kayma olayının en kolay olduğu bazal düzlem belirlenmiştir. Ayrıca neme duyarlı

2. KAYNAK ÖZETLERİ

olan NbS₂ fazı da elde edilmiştir. Çizik testleri yardımıyla ilk bin tekrar sonucunda sürtünme katsayısında artış olurken, bin tekrardan sonra sürtünme katsayısının azaldığı vurgulanmıştır. Tribotestler kuru azot, nemli hava, saf su ve yağ için de yapılmıştır. MoS₂-Nb kompozit kaplamanın hem aşınma oranının hem de sürtünme katsayısının en yüksek değerlerde olduğu ortam kuru azotlu ortam, en düşük olduğu ortam ise yağ ortamı olduğu çalışmada vurgulanmıştır (Baran 2007).

Zhang ve arkadaşları farklı kalınlıktaki NbN-MoS₂ çok katmanlı filmleri magnetron sızratma yöntemiyle sentezlemişlerdir. MoS₂ filminin mekanik ve tribolojik özelliklerini XRD, SEM, HRTEM (yüksek çözünürlüklü transmisyon mikroskobu) yardımıyla incelemişlerdir. Elde edilen sonuçlarda NbN- MoS₂ çok katmanlı ince filmlerin NbN fazının (111) oryantasyonunda oluştuğunu belirtilmiştir. MoS₂ ince film kalınlığı arttıkça, NbN fazının kristalleşmesi belirli bir süre iyileşir ve daha sonra kristalleşme özelliği azaldığı gözlemlenmiştir. Ayrıca sertlik ve elastisite modülü en başta artarken sonradan tekrar azalma eğiliminde olduğu vurgulanmıştır. MoS₂ kalınlığı 0.8 mikrometre olduğunda NbN-MoS₂ filminde sertlik ve elastiklik modülünün arttığını göstermektedir. NbN-MoS₂ filmler maksimum sertliği 30.4 GPa ve elastiklik modülü 431 GPa 'a kadar ulaşmaktadır. Aynı koşullar altında üretilen NbN filmlerin sertliği 22.8 GPa bulunurken elastiklik modülü ise 354 GPa değerlerinde kalmıştır. NbN- MoS₂ çok katmanlı filmlerin sürtünmeye katsayısı aynı şartlarda üretilen NbN filmlerine göre çok daha düşük olup 0.2-0.3 aralığında bir değer almıştır (Zhang et al. 2019).

Vierneusel ve arkadaşları MoS₂ katı yağlayıcıların oksijen ve su buharı bulunmayan ortamlar için çok uygun bir katı yağlayıcı olduğunu belirtmiştir. Nemli havanın aşınmayı arttırdığı ve sürtünme katsayısını yükselttiği için oksidasyon sebebiyle filmleri kötü yönde etkilemektedir. Çalışmalarında değişen çevre koşullarına karşın MoS₂ filmlerin neme karşı direncini daha da arttırmak istemişlerdir. Kaplama parametreleri değiştirerek örneğin; voltaj, sıcaklık, argon gazı basıncı hedef ve numune mesafesi gibi özellikler değiştirilerek optimum parametreler araştırılmıştır. Bu parametre değişimleri biriktirme işlemleri ve MoS₂ filmlerin özellikleri arasında bir ilişki belirlenmesini sağlamaktadır. Oda şartlarında ve vakum ortamında aşınma deneyleri yapılmış. Sertlik, elastisite modülü ve kalıntı gerilmeler gibi mekanik özellikler belirlenmiştir. Bu gerilmeler eğrilik ölçme yöntemi vasıtasıyla belirlenmiştir. Çalışmaları sonucunda

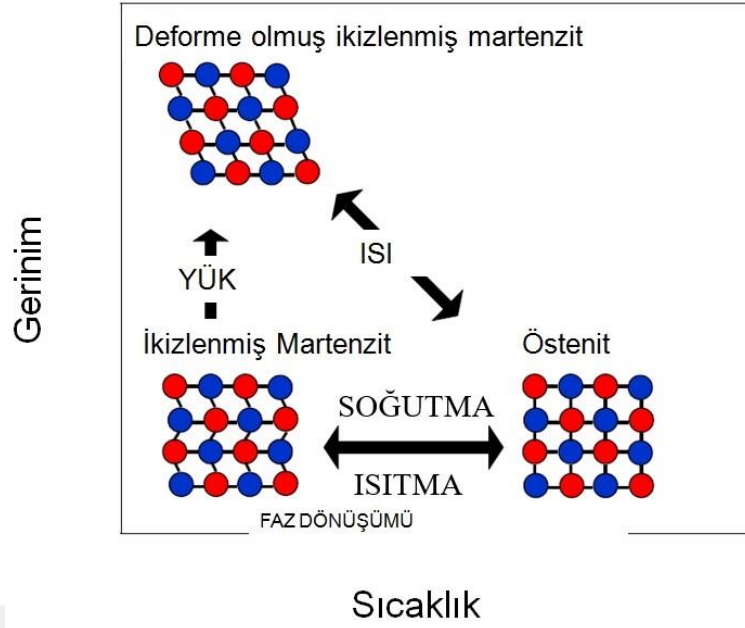
filmlerde ki kalıntı gerilme durumu ve sertlik elastisite modülü oranlarının oda şartlarındaki ve vakum ortamlarında ki tribolojik performansları çok önemli olduğunu ortaya çıkarmıştır. Biriktirme parametreleri ve film özellikleri arasındaki ilişki incelendiğinde bazal düzlemlerin aşınma direncini yükselttiği belirlenmiştir. Fakat ani yüklerde ve bir noktadan yüklenme durumlarında kaplamanın çatlamasına ve kırılmasına neden olduğunu mikro yapısal analizler sonucu gözlemlenmiştir (Vierneusel et al. 2013).

2.2. Kuramsal Temeller

2.2.1. TiNi şekil hafızası

Malzemelerin şekil hafızaya sahip olma özelliği, malzemenin deformasyona uğramasından sonra herhangi bir etki vasıtasıyla tekrar orijinal şekline geri dönebilmesidir. Bu etki mekanik, termal, optik ya da elektrik etkisiyle oluşabilir. Bu tür malzemelerin şekil hafızalı oluşunun en büyük nedeni çoklu faz yapısına sahip olmasıdır. Şekil hafızalı alaşımların arasında en yaygın şekilde kullanılan titanyum ve nikel elementlerinden oluşan alaşımdır. Bu alaşım yüksek sıcaklıklarda kübik östenit yapıya sahiptir. Bu faz da yapı simetrik ve her bir doğru açıda şekli kübiktir. Düşük sıcaklıklara geldiğinde yapı martenzit (monoklinik) faza dönüşür. Şekil hafızalı malzemeler başlangıçta ikiz (twinned) martenzit faz durumundadırlar. Deformasyona uğradıktan sonra ikiz durumu bozulmuş olur (detwinned). Bu yapı ısıtıldıktan sonra tekrar soğutulmadan önceki hali olan östenit fazına dönüşür (Otsuka and Kakeshita 2002). Oluşan bu faz dönüşüm döngüsü Şekil 2.1 'de gösterilmektedir.

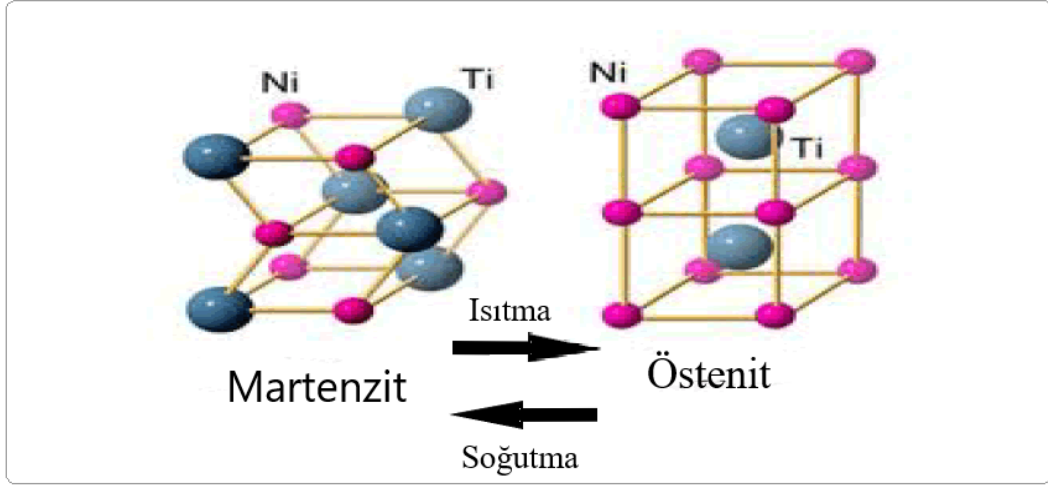
Hafıza şeklini elde edebilmek için alaşımlara uygun termo-mekanik işlem yapılması yeterlidir. Alaşım östenit faza geldiğinde istenilen şekil verilip, belirli sıcaklıkta belirli bir süre ısıtılmaktadır. Östenit fazda yapılan şekillendirme kalıcı şekillendirmedir. Bunun nedeni bu fazda farklı bir içyapı oluşmaması şekillendirme kalıcı olmasını sağlar. Isıl işlem sıcaklığı ve süresi alaşımların kimyasal kompozisyonuna bağlı parametrelerdir. Öyle ki TiNi alaşımlarının sadece şekil hafıza özelliği kazanması için genelde 500°C sıcaklıkta yaklaşık 5 dakikada ısıl işlem yapılması yeterlidir.



Şekil 2.1. ŞHA'nın faz dönüşüm şeması (Acar 2014)

2.2.2. Martenzitik dönüşüm

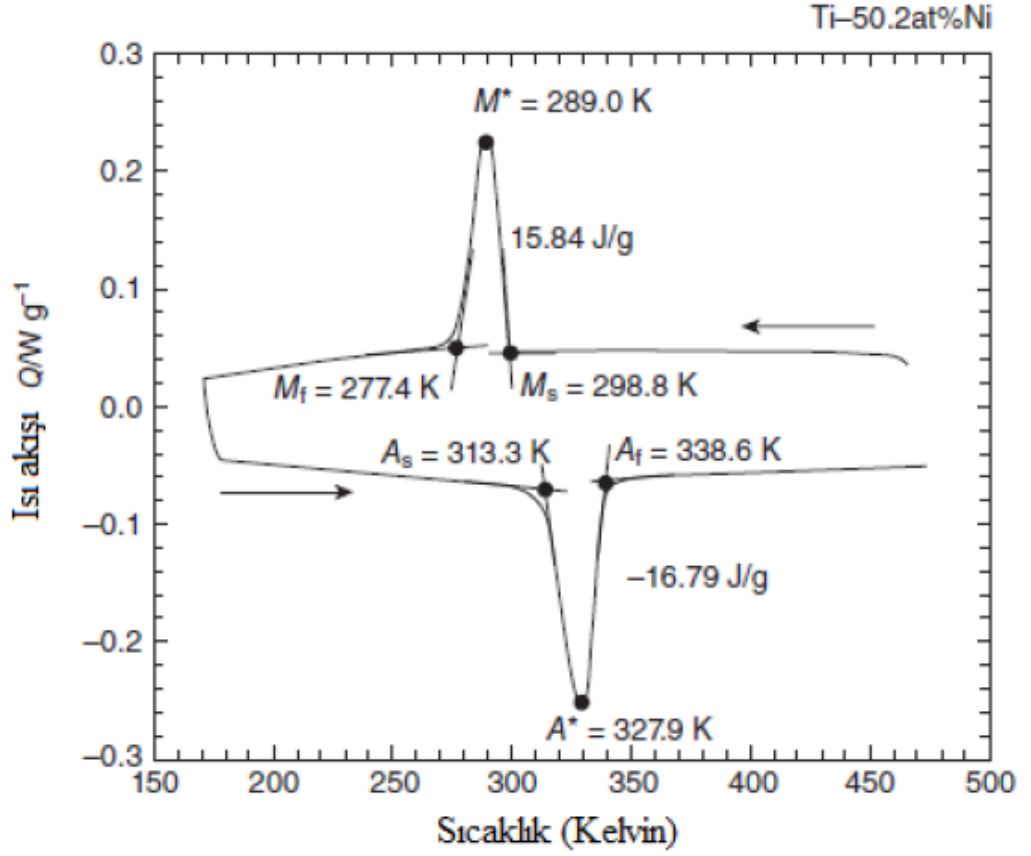
Şekil hafıza etkisi (ŞHE) ve süper elastiklik (SE) gibi özellikler martenzitik dönüşümden kaynaklanmaktadır. Faz dönüşümlerinin bir parçası da martenzitik dönüşümdür. Çoğu seramik malzemeler ve metalik malzemeler atomlarının belirli düzenle sıralanan üç boyuta sahip kristal fazlardan oluşan yapılardır. Bu kristal yapıya sahip fazlar sıcaklık, basınç, gerilme vb. dış etkenlerden etkilenip değişim gösterebilmektedir. Kristal yapılarda bulunan faz dönüşümleri 2 grupta incelenebilir. Bunların birincisi difüzyonlu dönüşüm, ikincisi ise difüzyonsuz dönüşümdür. Difüzyonlu dönüşümlerde atomlar kristal yapılardan ayrılıp başka bir form oluşturmaktadırlar. Bu dönüşümlerde atomlar hareketini sağlaması için yüksek sıcaklıklara ihtiyaç duyarlar. Difüzyonsuz dönüşümlerde ise atomlar asıl kristal yapılarını farklılaştırmadan yalnızca belirli bir miktarda yer değiştirme sağlayarak farklı bir form oluşturmaktadırlar (Yamauchi et al. 2011). Buradaki martenzitik dönüşüm de difüzyonsuz bir dönüşüme sahiptir. Atomlar asıl kristal yapılarını değiştirmeden düşük miktarlarda yer değiştirme yardımıyla kayma düzlemlerinde hareketini sağlayarak değişik bir kristal yapıya sahip olmaktadır. Şekil 2.2'de difüzyonsuz martenzitik dönüşümü şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.2. Martenzitik dönüşüm şeması (Yamauchi et al. 2011)

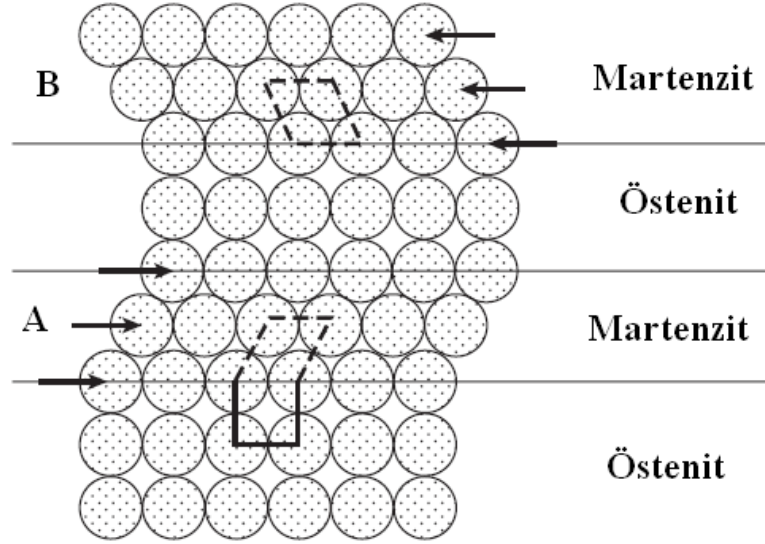
Şekilde görüldüğü gibi martenzit dönüşüm süresince atomların yer değiştirme miktarı kristal yapıda bulunan atomların birbirlerine göre olan mesafesinden çok daha az olmasına rağmen bu yer değiştirme sırasında çok yüksek seviyelerde kayma gerilmeleri oluşturmaktadır. Bu tür kayma gerilmeleri dönüşümlerinde hacim değişimleri çok düşük miktarlarda olmaktadır. Yüksek sıcaklıktan düşük sıcaklığa inerken yapı tipik basit kübik fazda veya yüzey merkezli kübik fazdadır. Sıcaklık martenzit dönüşüm sıcaklığına getirildiğinde yapı düşük kristalografik simetrisi olan faz veya ürün fazına dönüşmektedir. Yüksek sıcaklıklarda ki faz ana faz ya da Östenit olarak isimlendirilmektedir. Bu faz dönüşümleri elektrik iletkenliği ölçümüyle ya da diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) vb. birçok yöntemler yardımıyla belirlenebilmektedir (Yamauchi and Tsuchiya 2011).

% 50,2 Titanyum içeriğine sahip TiNi alaşımına ait faz dönüşüm sıcaklıklarını gösteren diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) grafiği Şekil 2.3'te verilmiştir. Grafik incelendiğinde yapı östenit fazdan soğutulurken 298 K (28°C) sıcaklıktayken ekzotermik bir reaksiyon sonucunda alaşımlar martenzit faza dönüşmektedirler. Martenzit fazdan da ısıtıldığında ise 313 K (43°C) sıcaklığında endotermik bir reaksiyonla alaşımlar östenit fazına dönüşmektedirler. Martenzit dönüşüm sıcaklıkları ise 298 K–277 K (28°C–7°C) arasında değer almaktadır. Bu aralıklar da 4 farklı sıcaklık noktası belirlenebilmektedir. Bunlar martenzitik dönüşüm için; M_s ve M_f sıcaklıklarıdır. Östenit fazı için sıcaklıklar; A_s ve A_f sıcaklıklarıdır.



Şekil 2.3. Faz dönüşüm sıcaklıklarının DSC yöntemiyle belirlenebilmesi (Yamuchi and Tsuchiya 2011)

Atomlar faz dönüşüm sırasında yer değişimlerinde bulunurlar. Şekil 2.4'te bu yer değişimleri tanımlanmaktadır. Östenit kristallerinin martenzite dönüşümünü M_s sıcaklığında başlamaktadır. Sıcaklık düştükçe yapıda bulunan martenzit miktarı artmaktadır ve M_f sıcaklığına geldiğinde ise yapı %100 martenzit yapıya dönüşür. M_s ve M_f sıcaklıkları arasında yapı da martenzit ve östenit fazları karışık olarak kapsamaktadır. Yapı tamamıyla martenzit olduğunda yani M_f sıcaklığı altındayken kayma yönünde ikizlenmiş iki farklı yönlenmesi olan martenzit fazlardan meydana gelmektedirler. Morfolojik yapıları martenzit kristallerinin kayma deformasyonlarını karşılıklı olarak birbirini yok etme özelliğini kazandırmakta ve bu sayede numunelerin deformasyonları minimum seviyeye ulaşmaktadır. Ayrıca kendiliğinden yenileme özelliği kazanmaktadır.



Şekil 2.4. Martenzit dönüşümlerde atomların yer değişmesi (Otsuka and Wayman 1998)

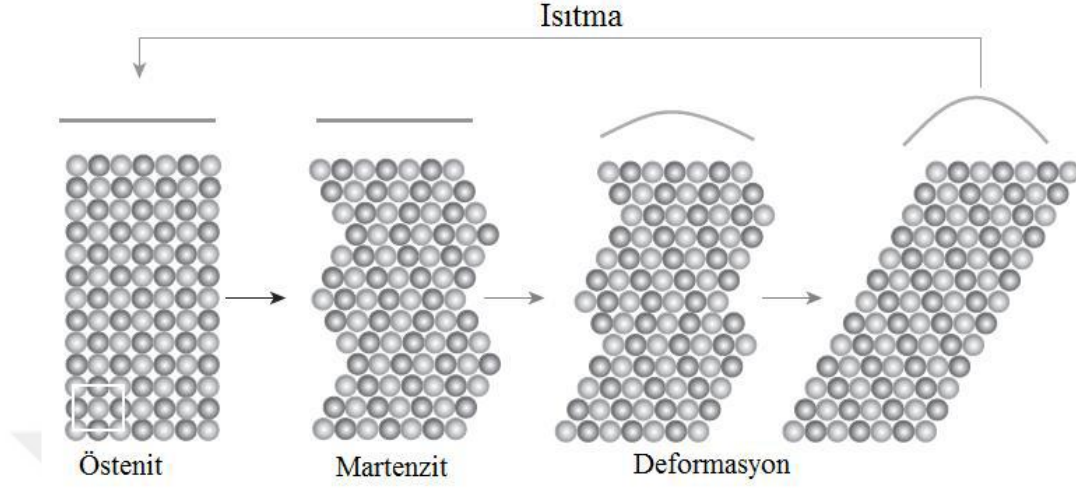
Östenit faz sadece 1 tane olmasına rağmen farklı yönlenmeleri olan çok sayıda martenzit yapı oluşabilmektedir. Bu birbirinden farklı yönlenmelerin sayısı 24'e kadar çıkmaktadır. Örnek verilirse TiNi monoklinik fazda martenzit oluştuğu gözlenmiştir (Kudoh et al. 1985).

Şekil hafızalı alaşım ısıtıldığı sırada martenzit fazdan östenit faza dönüşüm gerçekleşmektedir. Şekil 2.3'te görüldüğü gibi ısıtma ve soğutma sırasında dönüşüm sıcaklıkları farklı olduğu gözlenmiştir. Bu fark histerizis olarak isimlendirilmektedir. Histerizis başlıca sebebi östenit martenzit faz dönüşümü sırasında ara yüzeylerde atomlarının hareketliliğinin birbirinden farklı olmasından ileri gelmektedir (Stachowiak and McCormick 1988).

2.2.3. Şekil hafıza etkisi (SHE)

Şekil hafızalı teller oda sıcaklıklarında genellikle martenzit yapıya sahiptirler. Bu alaşımların dönüşüm sıcaklıkları da oda sıcaklığından yüksektir. Bu alaşımlar oda sıcaklıklarında martenzit faz kolayca ikizlenebilirler veya ikiz durumu bozulması sonucunda kolayca deforme edilebilmektedirler. Deforme edilen numune ya da tel A_f sıcaklığı üstüne ısıtıldığında martenzit fazı östenit faza dönüşecek ve tel ya da numune

deforme edilmeden önceki şekline geri dönebilecektir. Şekil 2.5'te şekil hafıza etkisinin şematik olarak gösterilmektedir.



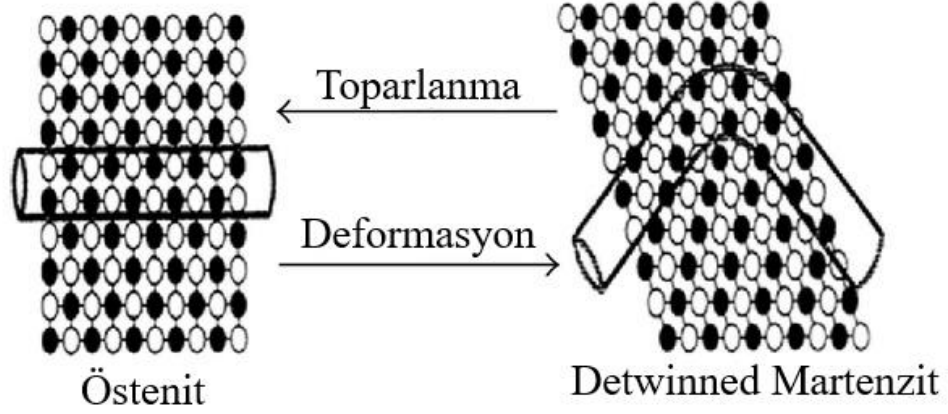
Şekil 2.5. Şekil hafıza etkisi (Çiçek 2015)

Deformasyona uğradıktan sonra önceki şekline geri dönme olayı şu şekilde açıklanabilir; Bütün martenzit faz varyasyonları tek bir çeşit faz olan östenit fazından meydana gelmektedir. Soğutulduktan sonra tel tekrar martenzit duruma geçecektir ancak şekil değişikliği atomların yerini koruması (self-accommodated) olayından ötürü gerçekleşmeyecektir. Bu olay şekil hafıza etkisi olayıdır. TiNi alaşımlarda faz dönüşümü sırasında üretilen gerilme oranı yüzde 8'lere varabilmekte ve birkaç yüz MPa değerlerine kadar gerilme üretebilmektedirler. Böylece şekil hafıza etkisi şekil hafızalı alaşımlarda yalnızca ısıtma sırasında meydana gelmekte bu da tek yönlü hafıza etkisi (one-way SME) denmektedir.

2.2.4. Süper elastiklik (SE)

Şekil hafızalı alaşımlarda deformasyonlar genellikle M_f sıcaklıklarının altında yani martenzit fazında oluşmaktadır. Süper elastik özelliğini test etmek için A_f sıcaklığını üzerine çıkıldığında yani östenit fazında deformasyon gerçekleştirilmelidir. Şekil 2.6'da süper elastiklik özelliği gösterilmektedir. Alaşım östenit fazındayken deformasyona uğratıldığında martenzit faza dönüştüğü gözlemlenmiştir. Bununla beraber uygulanacak gerilme yönüne göre maksimum şekil değişimi oluşabileceği bir martenzit faz varyasyonu oluşmaktadır. Uygulanmış gerilme kaldırılırsa martenzit faz tekrardan östenit faza

dönüşmektedir ve alaşım orijinal şekline geri dönmektedir. Sıcaklık artmasıyla beraber dönüşüm oluşabilmesi için gereken gerilme değeri de yükselmektedir (Yamauchi and Tsuchiya 2011).



Şekil 2.6 Şekil hafızalı malzemelerde süper elastiklik (Badami and Ahuja 2015)

Düşük sıcaklıklara yani oda sıcaklığına gelindiğinde ŞHA'lar şekil hafıza etkisine sahip olurlar (Şekil 2.6.a). Yüksek sıcaklıklara gelindiğinde ise şekil hafızalı alaşımlar yük uygulandığında şekil değiştirir, yük kaldırıldığında ise ilk şeklinde geri dönmektedirler (Şekil 2.6.b). Bu değişim süper elastiklik (SE) olarak adlandırılmaktadır (Huang 2002).

Şekil hafıza özelliğine sahip filmlerin gelişmesi için gerekli olan temel öğeler; alaşımın stokiyometresi, oluşacak çöktilleri ve bununla beraber anizotropiyi kontrol altına almaktır. Bu özellikler kontrol altına alınırsa tek ve çift yönlü şekil hafızalı filmler başarılı bir şekilde üretilebilir (Quandt et al. 1996).

2.2.5. TiNi alaşımlı ince filmler

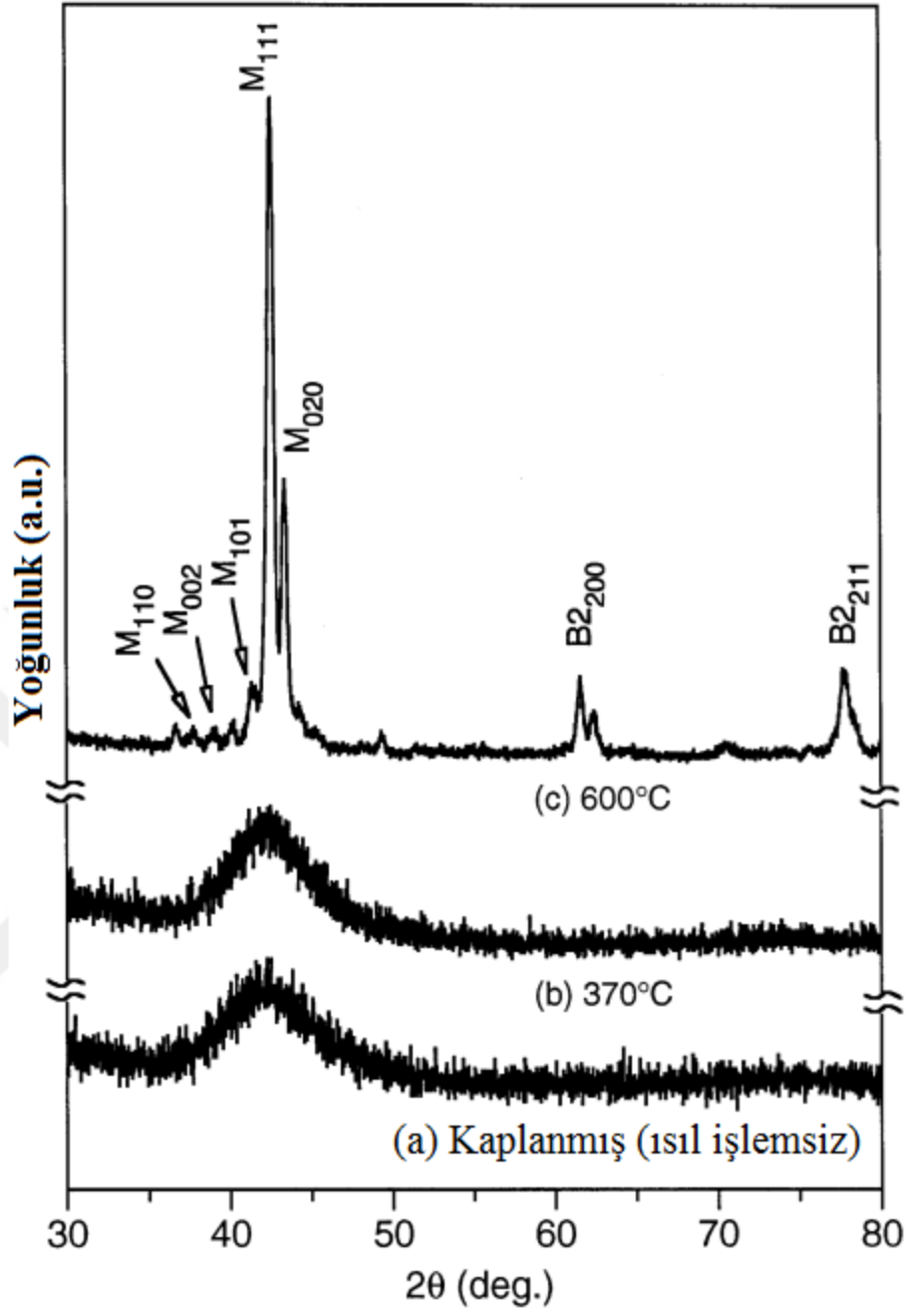
TiNi alaşımı, iyi şekil hafıza özelliğine sahip, korozyon direnci yüksek ve biyoyumuşluğa sahip olan ve süper elastiklik gibi özelliklere sahiptir. Bulk alaşımlara göre TiNi ince filmler daha hızlı ısıtılıp soğutulabilir, bu nedenle şekil hafıza tepki süresi azaltılabilmektedir. TiNi alaşımlı ince filmlerin iyi bir şekil hafıza özelliği verebilmesi ve en az kusurla üretilebilmesi için filmlerin içyapısı ve kompozisyonu doğru bir şekilde

belirlenmelidir. Kristal yapılı içyapıya sahip olmalı ve mekanik özellikleri uygulanması istenen alana özgü olarak belirlenmelidir. Silikon taban malzemelere sıçratma yöntemi vasıtasıyla kaplanan TiNi filmler 5 mikron kalınlığındaysa istenilen şekil hafıza ve süperelastiklik özelliklerini taşıyabilmektedir (Seguin et al. 1999).

Titanyum Nikel alaşıma sahip ince filmlerin kristalize edilmesi çok önemlidir ve büyütülen filmler genelde amorf yapıdadır. Kristal bir yapı oluşturabilmek için yüksek sıcaklık değerlerinde (500-700°C) ve vakum ortamında ısıl işleme tabi tutulmaktadır. Faz dönüşüm sıcaklıkları belirlenebilmesi için yapının kristal fazda olması gerekmektedir (Wayman 1990).

Chu ve arkadaşları magnetron sıçratma yöntemiyle silikon taban malzemeler üzerinde büyüttükleri TiNi filmleri beklendiği gibi amorf yapıya sahip olduğunu belirlemişlerdir (Chu et al. 2000). Amorf yapıda olan malzemelerin şekil hafıza özelliği kazanabilmesi için yapının kristal duruma gelmesi şarttır. Bu sebeple büyütülen TiNi filmlere farklı sıcaklıklarda ısıl işlem uygulanmaktadır. Uygulanan ısıl işlemler sonucunda elde edilmiş XRD grafiklerini Şekil 2.7’de gösterilmektedir. XRD grafiği incelendiğinde kaplama sonrası yapı amorf (a) olarak gözlemlenmiştir. Düşük sıcaklıkta yani 370°C’de yapılan ısıl işlemin (b) sonucu ele alındığında yapının amorf olduğu yeniden gözlemlenmektedir. Ancak yüksek sıcaklıklara çıkıldığında, 600°C sıcaklıkta yapılan ısıl işlem neticesinde kristal yapılar (c) oluştuğu gözlemlenmiştir.

Kristalleşmeyi iyi anlayabilmek çok önemlidir. Çünkü kristalleşme mekanizmasını anlayabildiğimizde optimum şekil hafıza özelliği gösterebilen filmler ve optimum tasarımlar yapmamıza olanak sağlamaktadır. Erime belirli bir sıcaklık noktasına (1310°C) geldiğinde oluşurken kristalleşme ise sıcaklıkla beraber zaman da bir bileşen olacaktır. TiNi alaşımlı ince filmler genellikle 500°C de kristalleşme göstermektedir. Fakat literatürde farklı ısıl işlem sıcaklıklarında ve farklı ısıl işlem sürelerinde ısıl işlemler yapılmaktadır. Bu farklı sıcaklıktaki ve farklı sürelerde yapılan ısıl işlemler sayesinde TiNi alaşımlı ince filmler uygulama alanlarına ya da kullanım amaçlarına göre optimum parametreleri belirlenebilmektedir. Bunun sonucunda hem maliyetten tasarruf edilir hem de zamandan tasarruf edilmektedir.

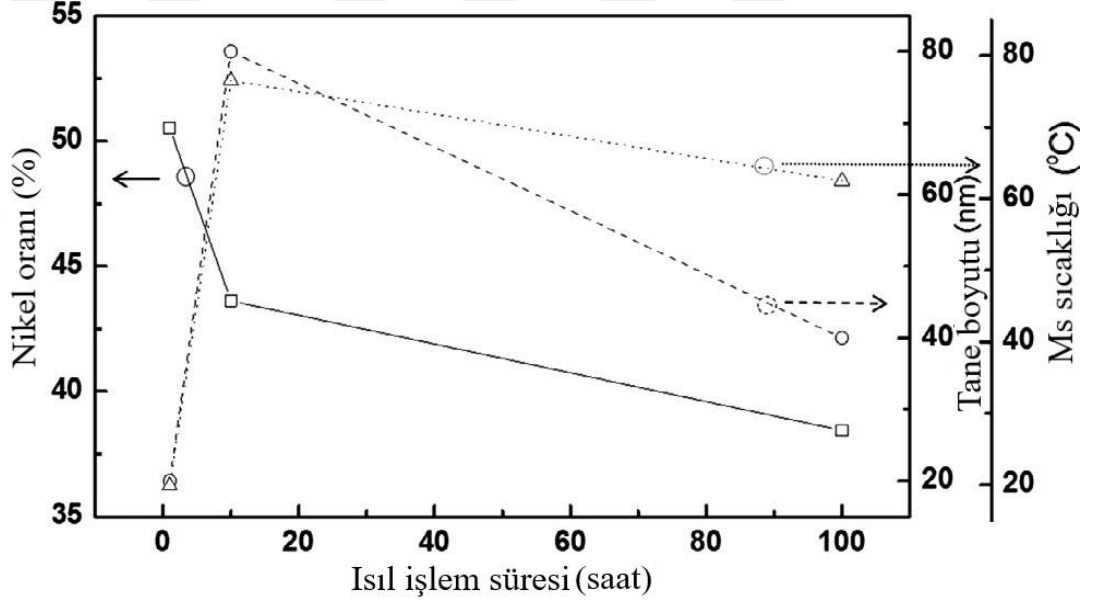


Şekil 2.7. Magnetron sıçratma yöntemiyle büyütülen amorf yapıdaki TiNi alaşımlı ince filmlerin ısıtım işlemiyle kristal yapıya dönüştürülmesinin XRD grafikleri (Chu et al. 2000)

Kristal yapı oluşumuna etki eden faktörlerin sıcaklığı etkisi, kimyasal kompozisyonun etkisi, sıcaklığın etkisi, film kalınlığının etkisi ve taban malzemenin etkisi şeklinde sıralanabilmektedir.

Sıcaklığın etkisi

Şekil hafızalı malzemelerde kristal yapı oluşturmak için sıcaklık ve zaman çok önemli iki unsurdur. Mikro yapılarda duyarlılığın tane boyutuna bağlı olduğu gözlemlenmiştir. Lee ve arkadaşları TiNi alaşımlı ince filmler 465°C ile 515°C aralığında ısıl işlem uygulamışlar ve ortalama tane boyutunun sıcaklık artışı vasıtasıyla azaldığını göstermişlerdir (Lee et al. 2005). Bununla beraber zamanla birlikte kristal yapı oluşumunun değişimini de gözlemlemektedirler. Belirli yüksek sıcaklıklarda ısıl işlem sonucunda yapıda (110) yönlenmesini tetiklediği ve tek kristal yapı oluşumuna neden olduğu belirlenmiştir. Şekil 2.8 ısıl işlem süresine göre tane boyutu ve Ms sıcaklığı grafiği verilmiştir.



Şekil 2.8. Ni oranı ve ısıl işlem süresine göre ince filmlerin tane boyutu ve Ms sıcaklığı grafiği (Kim et al. 2013)

Kimyasal kompozisyonun etkisi

Filmlerin kimyasal kompozisyonu da kristalleşme davranışlarını etkilediği belirlenmiştir. Nikel ağırlıklı TiNi alaşımlı filmlerin eşit atomik TiNi alaşımlara oranla daha hızlı kristalleştiği gerilme izleme metodu vasıtasıyla belirlenmiştir (Grummon and Zhang, 2001). Ayrıca TiNi alaşımlarındaki titanyum oranının artırılması sonucunda kristalleşme başlangıç sıcaklıkları düştüğü DSC analizleri sonucuyla belirlenmiştir. Buna ilaveten titanyum miktarı fazla olan alaşımların eş atomik alaşımlara göre daha yavaş

dönüşüm oluşmakta hatta oda sıcaklıklarında bile martenzit dönüşüm meydana gelmediği gözlemlenmiştir. Bunun nedeni ise difüzyon mekanizmasının dönüşümün gerçekleşmesini ertelemesidir. Daha ileri çalışmalar yapıldıkça difüzyon ve çökelti oluşumları üzerinde gelişmeler artacak ve daha iyi anlaşılacaktır.

Film kalınlığının etkisi

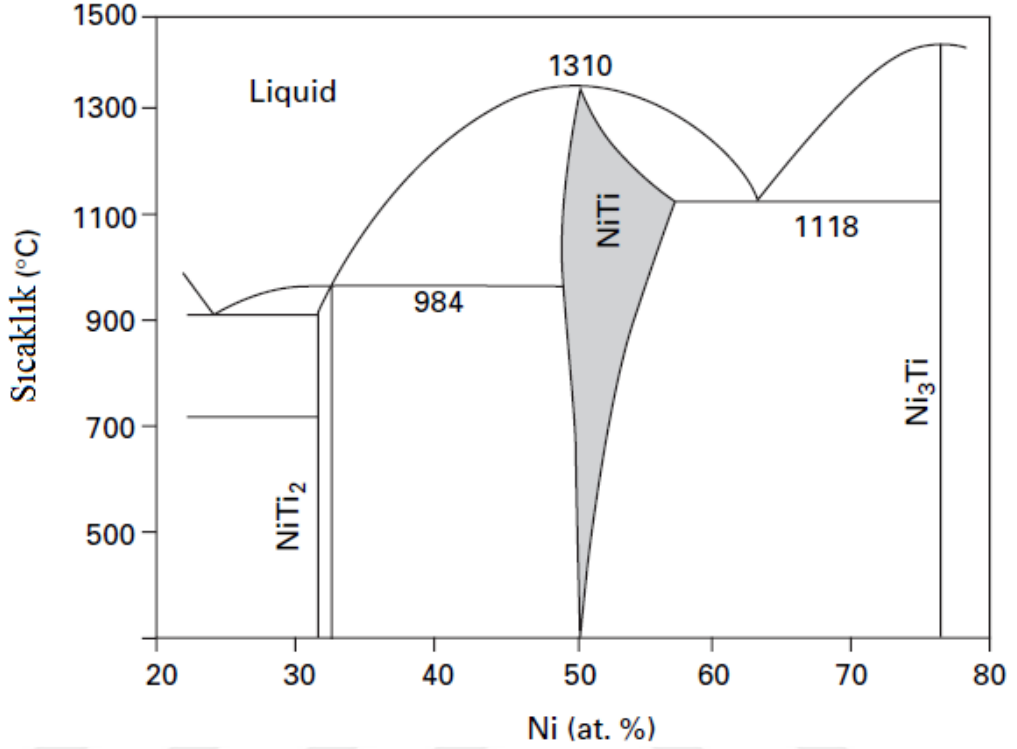
Film kalınlığının kristal yapı oluşturmakbilmek ve etkilerini incelemek için birçok çalışma yapılmıştır. Wang ve arkadaşların 600nm ve daha düşük kalınlıktaki ince filmlerde kristal büyüme hızının düştüğü ve bununla beraber aktivasyon enerjilerinin de arttığını belirlemiştir (Wang et al. 2008). Ishida ve Sato ise çalışmalarında 0,5µm ile 7 µm arasındaki kalınlık değerlerinde eş atomik TiNi filmler büyütmüşlerdir. Büyüttükleri bütün filmlerde ortalama tane boyutunun 5 µm olduğunu gözlemlenmişlerdir. 5µm ve daha kalın filmlerin taneleri eş eksenli olduğu belirlenmiş ayrıca diğer taneler eş eksenli taneleri çevrelediği gözlemlenmiştir. 2µm'den daha ince filmlerde ise yüzeydeki oksit tabakasının ve komşu taneler yüzünden şekil hafıza özelliği de çok daha hassas olduğu tespit edilmiştir (Ishida and Sato 2003).

TiNi şekil hafızalı malzemelerin faz diyagramı Şekil 2.9.'da gösterilmektedir. Eş atomik veya yakın değerli alaşımlar TiNi bileşimini oluşturmaktadır. %33,3 nikel atomu oranlarına kadar Ti_2Ni alaşımı elde edilir. %75 nikel atomu oranlarında ise $TiNi_3$ alaşımı meydana gelmektedir. Bu 3 farklı alaşımda denge fazları oluşturmaktadırlar. Bunlardan farklı olarak önemli faz olarak Ti_3Ni_4 fazı göze çarpmaktadır. Bu alaşımın denge fazlarından değildir fakat dönüşüm sıcaklığını ve şekil hafıza etkisi özelliklerini etkileyen bir faz olması onu öne çıkarmaktadır. TiNi faz bölgesi eş atomik TiNi alaşımı için 1310°C de başlayıp 630°C'den aşağı inildikçe sonlanıyor gibi görülse de oda sıcaklığında dar bir nikel oranı aralığında TiNi alaşımın faz diyagramında görüldüğü gibi (Şekil 2.9) devam etmektedirler (Miyazaki 2009).

TiNi alaşımı ana faz olarak B2 süper kafes yapısına sahiptir, martenzit fazda ise üç boyuta sahip kapalı paket monoklinik ya da b19' kafes yapısında olduğu şekil 2.10 da gösterilmiştir. TiNi alaşımları ısıl işlemlere ve alaşım kompozisyonlarına bağlı olarak üçüncü bir faz da vardır. Bu faz rombohedral veya R fazı diye adlandırılan ve B2 fazı

2. KAYNAK ÖZETLERİ

(111) yönünde yönlenmesi sonucu oluşan bir faz yapısıdır. Martenzit fazıyla karşılaştırıldığında daha çok çarpılmış bir kafes yapısına sahip olduğu bilinmektedir.

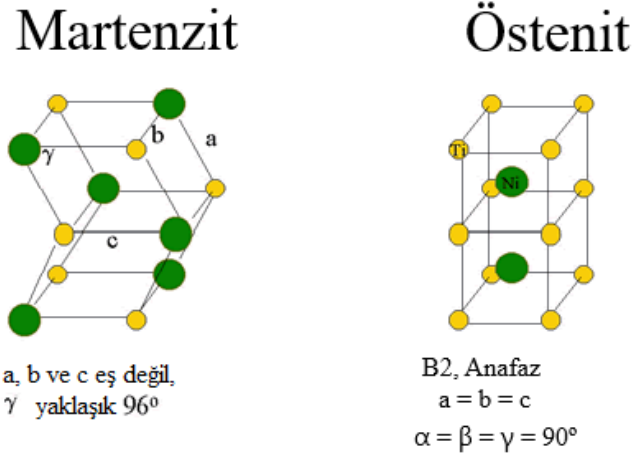


Şekil 2.9. TiNi alaşımlarının faz diyagramı (Miyazaki 2009)

R fazı dönüşümü martenzit dönüşümünden hemen önce meydana gelmektedir. Martenzit dönüşüm başlama sıcaklığı (M_s) R fazı ise dönüşüm başlangıç sıcaklığı (T_R) altına düşürülmesi sonucunda oluşmaktadır. M_s sıcaklığını düşüren etkenler aşağıda sıralanmıştır.

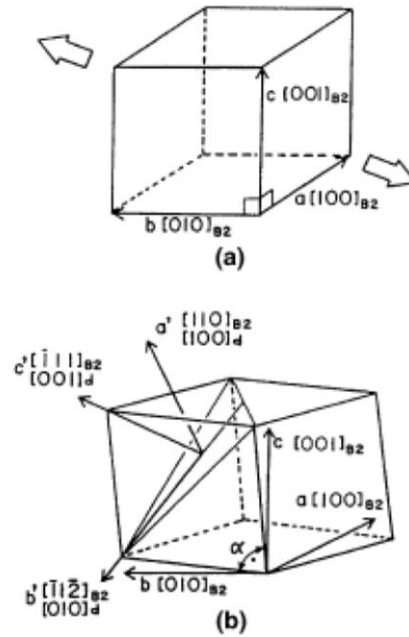
- Alaşımda ki nikel oranının artırılması
- Orta sıcaklıklarda yaşlandırma işlemi yapılması
- Soğuk deformasyon işleminden sonra yeniden kristalleşme sıcaklığı altında ısıl işlem yapılması.
- Termal döngüler
- Diğer bir üçüncü elementin alaşıma katılması

İlk madde dışında diğer maddeler R fazının (Şekil 2.11) oluşumunu tetiklemektedirler (Miyazaki 2009).



Şekil 2.10. TiNi alaşımının ana faz ve martenzit faz yapısında oluşan kristal yapıları (Miyazaki 2009)

Sıçratma yöntemiyle kaplama oda sıcaklığında yapıldığında oluşan TiNi film amorf yapıdadır ve şekil hafıza özelliğine sahip değildir. Yüksek sıcaklıklarda yaklaşık 500°C 'de üzerinde büyütülen filmler kristal yapıda olurlar ayrıca şekil hafıza özelliğine sahiptirler. Oda sıcaklığında büyütülen kaplamalar ısı işlem uygulandıktan sonra kristal yapıda TiNi elde edilebilmektedir (Sun et al. 2012).



Şekil 2.11. B2 (a) ve R (b) fazlarının kristal yapıları (Miyazaki 2009)

TiNi şekil hafızalı alaşımlar yaklaşık %10'a kadar şekil değişimini geri kazanmaktadır. Bu özelliği yapıyı düşük sıcaklıklarda ki martenzit fazından yüksek sıcaklıklarda ki östenit fazına dönüşmesi sayesinde oluşmaktadır. Martenzit fazdayken uygulanan deformasyon sebebiyle ikiz durumda bulunan yapı ikiz yapı durumundan ayrılmaktadır (detwinning) ve böylece gerilmesini korumaya devam etmektedir. Uygulanan deformasyon sonucunda yapıda dislokasyonlar oluşamaz böylece plastik deformasyon oluşmasına izin verilmez. Bozulmuş olan ikiz durumda ki yapı ısıtılıp östenit sıcaklığına getirildiğinde tamamen östenit yapıya dönüşebilen geri dönüşümlü bir yapıya sahiptir. Bu nedenlerden ötürü yapı tek yönlü şekil hafıza etkisine sahip olmaktadır. Dolayısıyla şekil hafızalı film östenitten soğutulduğunda bozulmuş ikiz durumuna değil de ikiz durumunda ki martenzit fazına dönüşmektedir. Bu filmlerde çift yönlü hafıza özelliğini kazandırabilmek için yapı martenzit durumda bulunduğu sırada bias kuvvet (yay v.b.) uygulanarak elde edilebilmektedirler (Ho and Carman 2000).

2.2.6. Katı yağlayıcılar

Katı yağlayıcılar ve kendinden yağlayıcı olan katılar, herhangi bir yağlayıcı eklenmeden kayma sırasında düşük sürtünme veya düşük aşınma gösteren katı malzemedirler. Katı yağlayıcılar karbon, molibden disülfür, grafit, polimer ve polimer kompozit malzemeler gibi geniş bir malzeme yelpazesini kapsamaktadırlar. Katı yağlayıcı malzemeler düşük yüklemeler ve düşük kayma hızlarında yüksek sıcaklıklarda yağlama amacıyla kullanılmaktadırlar. Katı yağlayıcılar kuru olarak kullanılmasının yanında bir yağ ya da gres ile karıştırılarak ya da bağlayıcı belirli bir malzeme ile yüzeyler üzerine uygulanıp kullanılmaktadırlar. Bazen katı yağlayıcılar kendi kendine yağlama özelliğini kazanması için, sinterlenmiş metaller ve polimerler ile karıştırılmaktadırlar (Bhushan and Gupta 1991). En yaygın olarak kullanılan katı yağlayıcı malzemeler Politetrafloroetilen (PTFE), MoS₂ ve grafit olarak sıralanabilirler.

Grafitler normal atmosfer şartlarında yağlamak için uygundur. Grafit yapısında hegzagonal düzlemler arasında bağ enerjisi, taban malzeme ile grafit arasında adezyonun enerjisini düşürebilmek için su buharı zorunludur. Su buharı gerekliliğinden ötürü grafit vakum ortamlarında etkili bir yağlayıcı değildir. Oksitleyici ortamlarda 450°C sıcaklık seviyelerine kadar etkili olmaktadır. Isıl iletkenliği de zayıf bir malzemedir.

PTFE, sıvı yağlarda ve greslerde katkı maddesi olarak kullanılmaktadır. Düşük yüzey enerji seviyesinden dolayı suların ve yağların içinde topaklanma olmadan dağılabilmektedirler. Diğer iki tür katı yağlayıcıyla karşılaştırıldığında PTFE katmanlı bir yapısı bulunmamaktadır. PTFE'lerin makro yapıdaki molekülleri lamelli yapılara sahip olmasından dolayı birbirleri üzerinde kolaylıkla kayabilmektedir. PTFE en düşük dinamik ve statik sürtünme katsayılarına (0,04'e kadar) sahiptir. Teflon olarak da bilinen PTFE, kimyasalların hepsine karşı ilgisizliğinden dolayı en kaygan kuru malzemelerden biri olmaktadır. Kullanım sıcaklığı maximum 260°C'ye kadar ulaşmaktadır.

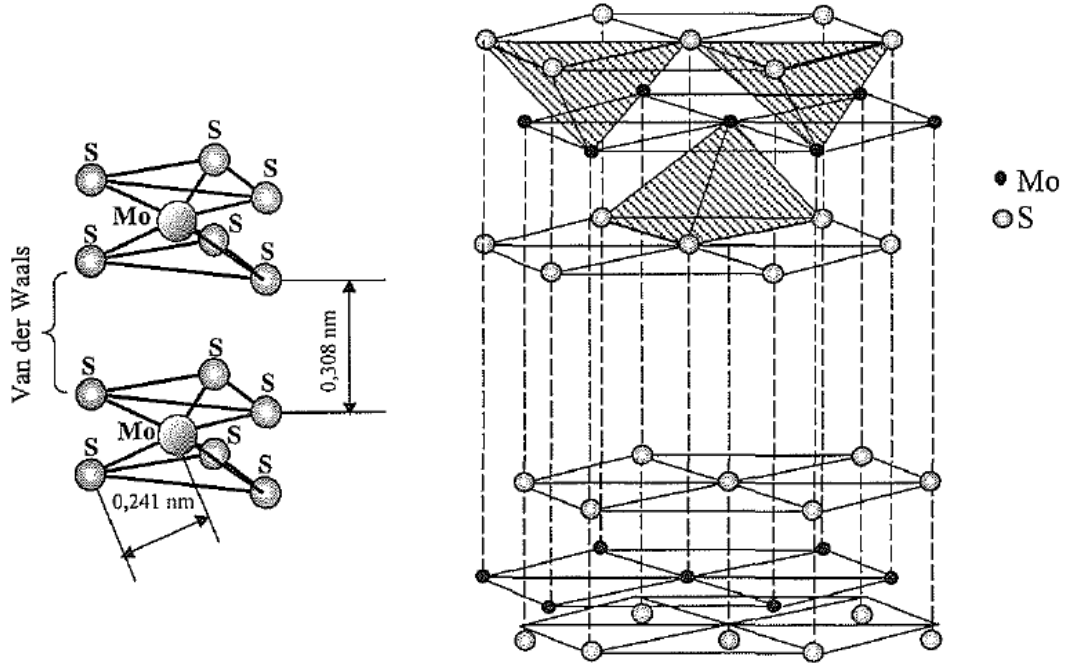
MoS₂ uzay endüstrisi için kullanılan lamelli katı yağlayıcı bir bileşiğe sahiptir. MoS₂ yağlama performansı grafitle karşılaştırıldığında genel olarak daha fazladır ve grafitin aktif olarak kullanılmadığı vakum ortamlarında oldukça etkili olabilmektedirler. MoS₂ 400°C'nin üstündeki sıcaklık değerlerinde oksitlenmektedirler. MoS₂ atmosfer şartlarında 315°C'ye kadar yavaş bir şekilde oksitlenmektedirler. Kuru ve oksijenden yoksun atmosfer şartlarında 700°C'ye kadar yağlayıcı özelliğini korumaktadırlar.

2.2.7. Molibden Disülfür (MoS₂) katı yağlayıcısı ve özellikleri

Katı yağlayıcılar olarak bilinen dikalgojenitler; tungsten, niyobyum tantalyum ve molibden metallerin sülfürlerini, selenidlerini ve ditelluridlerini kapsamaktadır. Bunlar da periyodik cetvelde 5B ya da 6B grubunda yer alan metallerle birlikte 7A grubundaki halojenler arasında oluşan kristalografik lamelli tipi bileşiklerdendir. MoS₂'de bu dikalgojenit ailesinin üyelerinde biridir. Yüksek seviyelerde ki anizotropik kristal tabaka yapısı sayesinde MoS₂ benzeri olmayan bir özelliğe sahiptir. Hekzagonal tabakalı MoS₂'ün kristal yapısı da grafitte benzemektedir. 3 S atomu her bir Mo atomuna 0,241nm uzaklıkta olup bir prizma oluşturmaktadırlar. Ayrıca prizmalar arası mesafesi de 0,308nm olduğu Şekil 2.12. gösterilmektedir. MoS₂ kristal düzlemleri arasında zayıf olan Van der Waals bağlarıyla bağlanmış lamelli bir yapıdadır. Bu zayıf bağlar sülfür atomları komşu düzlemleri arasında bulunmaktadır. Başka bir yönden bakıldığında molibden ve sülfür atomları arasında ise Van der Waals bağlarına göre güçlü kovalent bağ bulunmaktadır. Düşük sürtünme direnci ise komşu ve zayıf bağlı sülfür atomlarının birbirleri üzerinde kolaylıkla kayması sebebiyle oluşmaktadır (Holinski and Gansheimer 1972; Fleischauer 1987; Bhushan and Gupta 1991; Teer 1997).

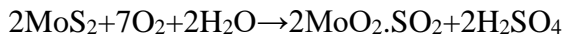
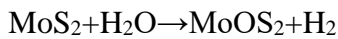
2. KAYNAK ÖZETLERİ

Üçgen prizma şeklinde bir sandviç yapıya sahip olan MoS₂ atomları prizmada sülfür atomları köşelere yerleşmişken, molibden atomları ise üçgen prizmanın merkezinde yer almaktadırlar. Molibden elementleri sülfür ile bağlandığında tamamıyla dolu bir dz² orbitaline sahip olur ve sülfürler arası sp³ orbitali ise 2 farklı sandviç prizma arasında ki kimyasal bağ oluşturamamış bir şekilde bağlamayla dolu olmaktadır. Farklı sandviç düzlemleri arasında bu zayıf etkileşim sebebiyle kayma olayı çok kolaylaşmaktadır (Bhushan and Gupta 1991).



Şekil 2.12. MoS₂'nin kristal yapısı

MoS₂ genellikle vakum şartlarında kullanılması önerilmektedir çünkü bu katı yağlayıcı türü çevresiyle etkileşime oldukça açıktır ve nemli hava şartlarında aşağıdaki reaksiyonlar neticesinde sülfürik asit ve sülfüroksit tabakası oluşturularak metal ve metal alaşımlarının korozyona uğramasına sebep olmaktadır.



2. KAYNAK ÖZETLERİ

MoS₂'ler mavimsi bir kurşun grisi rengine sahip olup çizgi rengi ise yeşilimsi gridir. Metalik parlıtya sahip olmasının yanı sıra opak özelliktedirler. MoS₂ Levhaları bükülebilmesine karşın elastiklik özelliğinden de mahrumdurlar. Grafitle karşılaştırıldığında daha ağır ve daha metaliklerdir. Üfleçlerde erimeden alevi de sarımsı bir yeşil renge boyamaktadır. MoS₂ kimyasallara ilgisi yok denecek kadar az ve kararlı, genelde hem korozif olmayıp hem de zehirsizdir (Baran 2007).

Çizelge 2.1. MoS₂'nin karakteristik özellikleri (Arslan 2003)

Molibden Disülfür - MoS ₂	
% Mo (ağırlıkça)	59,94
% S (ağırlıkça)	40,06
Ergime Sıcaklığı, °C	1185
Yoğunluk, g/cm ³	4,80-5,5
Kristal Yapı	Hegzagonal-Dihegzagonal dipiramidal
Moleküler Ağırlık, g/mol	160,07
İsminin Kökeni	Yunanca'da "molybdos =lead"
Yarılma	[0001] düzleminde mükemmel
Renk	Siyah, Kurşun grisi, Gri
Sertlik	60 HK(temel düzlem) 32 HK(kenardüzlem)
Parlaklık	Metalik

Magnetron sıçratma tekniğiyle, taban malzemeye kaplanan MoS₂'nin yüzey morfolojisi, kimyasal bileşimi, adezyonu ve kristalleşmesi gibi özellikleri istenilen duruma getirilmesi açısından büyük esneklik sağlamaktadır. Sıçratma yöntemiyle 2-3 mikrometreden daha düşük ince filmler yapılabilmektedir. Bununla beraber sıçratma tekniği yardımıyla yapılan kaplamalarda, bağlanmış kaplamaları hazırlamakta kullanılmaktadır. Ancak yüksek vakum uygulamalarında istenmeyen organik reçine de içermemektedirler.

Magnetron sıçratma tekniğiyle büyütülen ince filmlerin çok iyi yağlama özellikleri göstermektedirler. Bu sebeple 0,01 veya daha düşük sürtünme katsayıları elde edilebilmektedir. Bu değerler ise yağlayıcı filmler arasında çok düşük seviyelerdeki bir sürtünmeyi ifade etmektedir. Örnek verecek olursak yumuşak metalik malzemelerin sürtünme katsayısı 0,1 ve PTFE'nin sürtünme katsayısı ise 0,05 olduğu bilinmektedir. Doğada 0°C seviyesinde bir buzun üstünde sürtünme katsayısı 0,025 iken MoS₂

kaplanmış ince filmlerde ise bu değer 0,01 olduğu gözlemlenmiştir. Bu sebeple magnetron sıçratma ile büyütülen MoS₂ filmler uygun servis şartlarına (vakum, uzay vb.) sahip olduğunda bugün bilinen en düşük sürtünme katsayısına sahip katı yağlayıcılar olduğu görülmektedir.

MoS₂ kristalografik anizotropisi sayesinde kayma davranışını ve filmin çevresine karşı duyarlılığını kontrol altına alan tabakalı yapıdaki malzemedir. Büyütülmüş MoS₂ filmler kuru havada, vakumda veya asal gaz ortamlarında kayma ve yuvarlanma esnasında çok düşük seviyelerde sürtünme özelliği gösterdiği gözlemlenmiştir (Spalvins 1991). Ancak MoS₂ atmosfer şartlarında sürtünme özelliği azalır. Bu sebepten ötürü magnetron sıçratmayla büyütülen filmler öncelikle uzay gemileri ve uydularda hareketli mekaniksel bileşenlerinde kullanılmaktadırlar.

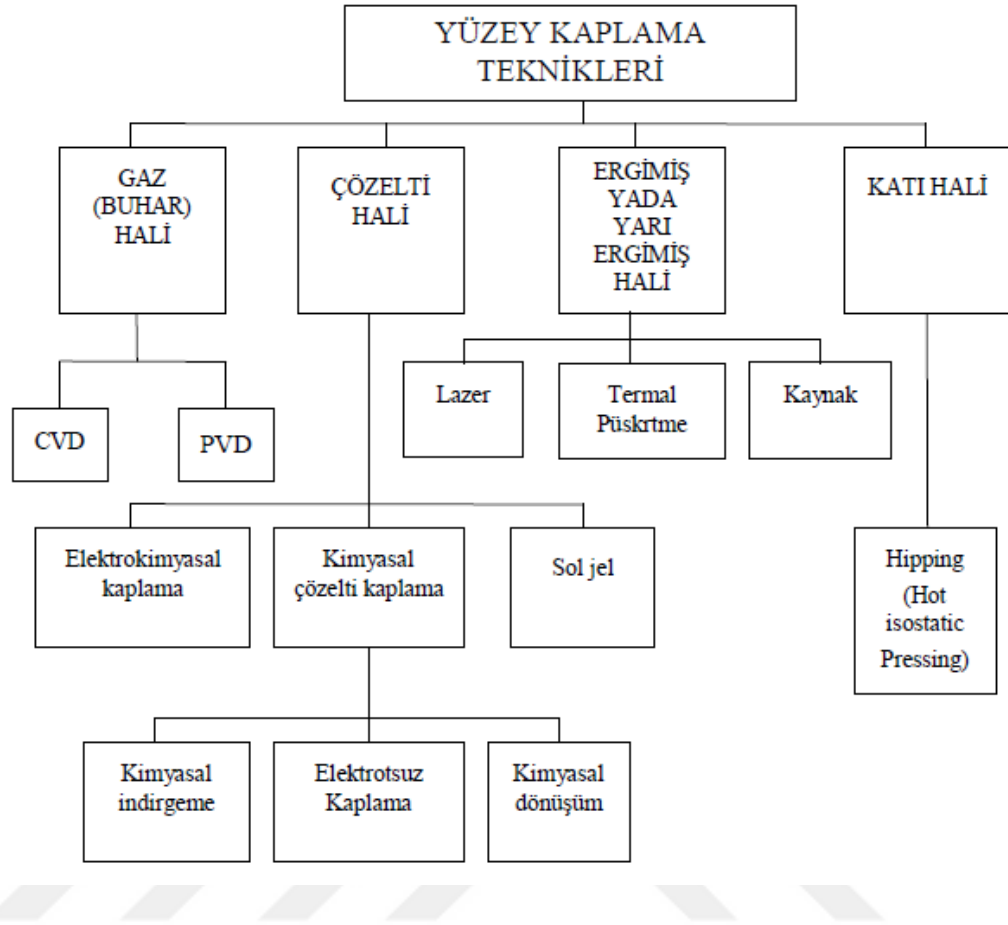
Sonuç olarak büyütülen yağlayıcı filmlerin parametreleri seçilmiş biriktirme şartlarına çok bağımlı olduğundan MoS₂ filmlerin verimli ve uzun bir yağlama ömrü için biriktirme parametreleri optimize edilmesi çok önemlidir.

Günümüzde kullanılan en yaygın kaplama tekniği olan magnetron sıçratma metodu ile makine elemanlarını ince ve üniform bir şekilde kaplamak için çok uygundur. Buna ek olarak bu kaplama yöntemi en iyi yapısal ya da morfolojik ve kimyasal özellikleri kazandırmaya olanak sağlamaktadır (Spalvins 1991)

2.2.8. Yüzey kaplama Yöntemleri

Mühendislik malzemeleri yüzeylerinin fiziksel ya da kimyasal özellikleri değiştirilerek yüksek performanslı ve üstün özelliklere sahip malzemeler elde edilmesini sağlayan yüzey işlemleri birçok uygulama alanına sahiptir. Bu uygulama alanları tribolojik amaçlı, optik uygulamalar, elektrik elektronik endüstrisi, dekoratif ve korozyondan koruma amaçlı olarak sıralanabilir. Malzemelerin yüzeylerini kaplama teknikleri kaplama malzemesinin bulunduğu fiziksel durumuna göre farklılaşmaktadır. Çizelge 2.2.'de yüzey kaplama tekniklerini malzemenin fiziksel durumuna göre ayrımını göstermektedir (Holmberg and Matthews 1994).

Çizelge 2.2. Yüzey kaplama teknikleri (Baran 2007)



Yüzey kaplama tekniklerinde başlıca önemli unsurlar dikkate alınmalıdır. Çünkü bu unsurlar malzemelerin yük taşıma kapasitesi, sürtünme katsayısı, aşınma direnci ve adezyon gibi birçok önemli parametreyi etkilemektedir. Bu unsurlara örnek verilecek olursa taban malzeme şekli, metalürjisi, boyutları, kaplama cihazının maliyeti ve kullanılabilirliği, kaplama malzemesinin kaplama tekniğiyle olan uyumu, kaplama malzemesini istenilen kimyasal kompozisyonda ve istenilen özelliklerde oluşturulması gibi unsurlar çok önemlidir.

2.2.9. Vakum ortamında kaplama

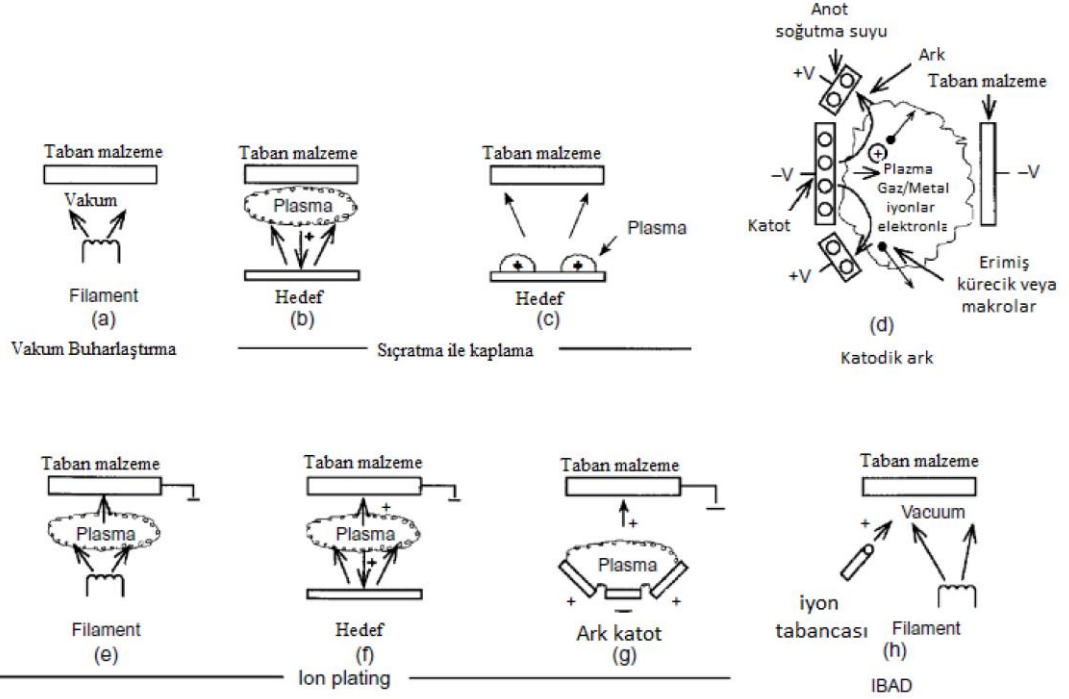
Vakum ortamında kaplama ya da vakum buharlaştırma yardımıyla kaplama yöntemleri yıllardır kullanılmaktadır ve gelişmekte olan en yaygın film kaplama yöntemlerindedir. Vakumlu ortamda kaplama denildiğinde akla ilk gelen yöntem fiziksel buhar kaplama (PVD) yöntemidir. PVD yönteminin çalışma prensibi ise; bir hedeften koparılmış olan atomları ya da iyonları vakum ortamında birbiriyle ya da diğer

gaz molekülleriyle çarpıştırarak ya da hiç çarpışmadan bir taban malzeme üzerine ulaştırıp atomik boyuttan başlayan biriktirme ile film oluşturulmasıdır. Büyütme sırasında vakum ortamı kullanılmasının sebebi atmosfer şartlarında ki kontaminasyonları ortamdan uzaklaştırarak hedeften kopartılmak istenen atomun çok daha yüksek kinetik enerji vasıtasıyla taban malzemenin üzerine ulaştırmaktır. Vakum ortamında kaplamalar genellikle 10^{-5} Torr ile 10^{-9} Torr ($1,33 \times 10^{-2}$ Pa – $1,33 \times 10^{-6}$ Pa) basınç değerleri arasındadır.

Bütün kaplama yöntemlerinde bir mekanizma sonucunda belirli özelliklere sahip bir ürün elde edilmektedir. Fiziksel buhar kaplama (PVD) yöntemleri kolay anlaşılabilirliği için üç adımdan oluşacak bir modelleme yapılabilmektedir (Bunshah 2001).

Öncelikle film malzemesinin buhar fazından oluşturulması gerekmektedir. Kaplanacak malzeme buhar fazına getirilir. Burada ise lazer ile buharlaştırma, sıçratma, termal buharlaştırma yöntemiyle kullanılırken materyal direkt gaz veya buhar şeklinde kullanılabilir. Diğer adım ise hedeften taban malzemeye iletim olarak açıklanabilir. Buhar fazına geçirilmiş film malzemesi kaplama yapılacak olan taban malzemesi üzerine iletilmektedir. İletim sırasındaki atomlar ve moleküller arasında çarpışma olabilir ve oluşan plazmadaki bazı atomlar iyon haline gelebilmektedir. Üçüncü ve son olarak filmin taban malzemesi üzerinde büyütülmesi aşamasıdır. Taban malzemeye ulaşan atom veya moleküller taban malzeme üzerinde birikir ve filmin çeşidine göre çekirdeklenme ve büyüme süreci başlamaktadır.

Vakum kaplama yöntemi optik uygulamalar için kaplamalar, dekoratif kaplamalar, aşınma ve korozyon dirençli kaplamalar, ayna kaplamalar gibi bir çok uygulama alanına sahiptir (Mattox 1998). Şekil 2.13'te fiziksel buhar kaplama metodlarının mekanizmaları gösterilmiştir.



Şekil 2.13. Fiziksel buhar kaplama teknikleri

a) vakum buharlaştırma tekniği b) ve c) plazma ortamında sıçratma ile kaplama tekniği, d) vakumda sıçratma ile kaplama tekniği, e) plazma ortamında termal buharlaştırma ile iyon kaplama tekniği, f) sıçratma ile iyon kaplama tekniği, g) ark buharlaştırma ile iyon kaplama tekniği, h) iyon demeti destekli kaplama tekniği (Mattox 1998)

2.2.10. Fiziksel Buhar Kaplama (PVD)

Fiziksel buhar kaplama yöntemleri üç kategoride incelenmektedir. Bunlar buharlaştırma, iyon kaplama ve sıçratma ile kaplamadır. PVD tekniğiyle kaplanan malzemeler dekoratif ürünlerden süper iletken malzemeler ve şekil hafızalı ince filmlere kadar geniş kullanım alanına sahiptir. Kaplama yapılan filmlerin birkaç angstromdan başlamak üzere birkaç milimetreye ulaşmaya kadar üretilmektedir. Çok çeşitli kaplamalar PVD yöntemiyle elde edilebilmektedir. Bunlara örnek olarak inorganik, oksit, seramik, metal, alaşım ve bunların karışımı da olabilmektedir.

Sıçratma ve buharlaştırma terimleri film malzemesinin buhar fazına nasıl geçirilmek istendiğini belirtmektedirler. Sıçratma yöntemiyle film malzemesi yani hedef bir soy gaz tarafından (argon vb.) bombardıman edilmesi sonucunda atomsal olarak

2. KAYNAK ÖZETLERİ

sıçratılır ve plazma ortamına geçirilmektedir. Buharlaştırma yönteminde film malzemesi bir potada ergitilip bir plazma içerisine alınmaktadır. Bu yöntemde en önemli nokta büyütülen filmin oluşturduğu plazma tarafından nasıl bombardıman edilmesi gerektiğidir. Bu sebeple büyütülen filmlerin mikro yapısını plazmanın yapısı, atomların ve iyonların enerjileri tarafından etkilenmektedir (Bunshah 2001).

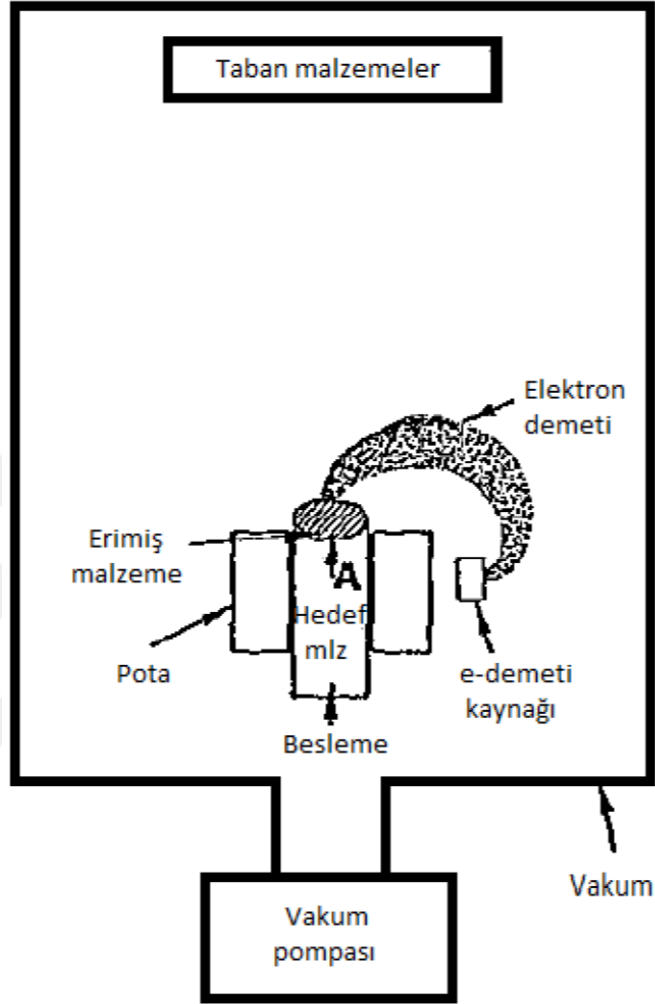
PVD teknikleri arasında en basit olanı buharlaştırma yöntemi olduğu bilinmektedir (Şekil 2.14.). Kaplanacak olan malzeme herhangi bir ısı etkisiyle buharlaştırılmaktadır, buharlaşan atomlar ise taban malzeme üzerinde yoğunlaşma sağlayıp birikmektedirler. Bu işlem ise vakum ortamında yapılmaktadır. Kaplanan malzemeleri buharlaştırmak için çeşitli teknikler bulunmaktadır. Bu teknikler aşağıda sıralanmaktadır.

- Buharlaşacak olan malzeme bırakıldığı potaya doğrudan direnç olarak bağlamak
- İndüksiyon ocağında ısıtmak
- Bir elektron tabancası yardımıyla elektron ışın bombardımanı yapmak
- Elektrik arkı oluşturmak
- Lazer ışını kullanılarak ısıtma ve buharlaştırmak gibi işlemler yapılmaktadır.

İyon kaplama yöntemi diğer fiziksel kaplama yöntemlerinden biridir. İyon kaplama taban malzemenin yüzeyini periyodik olarak bombardıman edilmesi ile atomik boyutta partiküllerin yüzeyde biriktirilmesi ile gerçekleştirilmektedir. İyon kaplama yönteminde de soy gaz kullanılmaktadır. Taban malzeme yüzeyini şekillendirebilmek için taban malzeme inert gaz bombardımanı yapılmaktadır. Filmin büyütülme işlemi iyon bombardımanına ara vermeden devam edilmektedir. İyon kaplama yöntemi yüzey ile film arasında yüksek değerlerde adezyon kuvveti istendiği durumlarda daha çok kullanılmaktadır. İyon kaplama yönteminin adezyon özelliği bakımından avantajları şu şekilde sıralanabilir;

- Film büyütülmeden önce film ile taban malzeme arasında ara tabaka oluşturulması iyi bir adezyon sağlamaktadır.
- Yüksek kusur konsantrasyonu oluşması ile yüzey ve ara yüzey katmanlarından sonra film ve taban malzemeyi fiziksel olarak bağlamak.

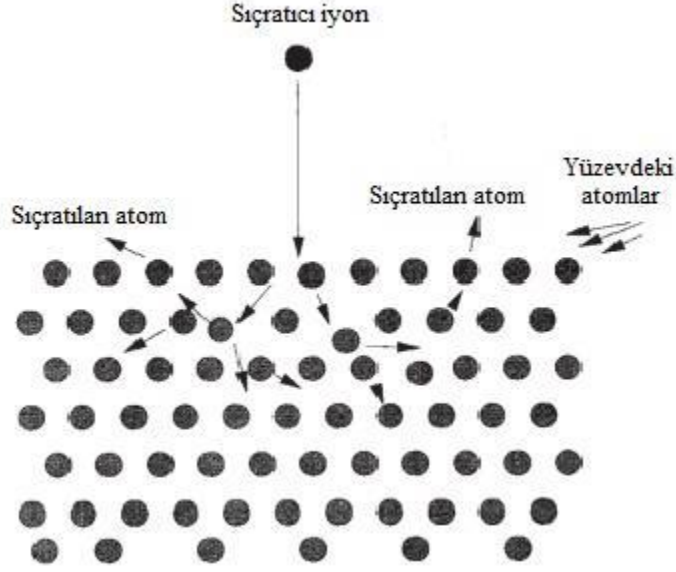
- Yalnızca yüzeyde oluşan yüksek sıcaklık ile taban malzeme yüzeyine doğru yüksek enerji akışı olduğu için, kütlenin sıcaklığını arttırılmasına ihtiyaç duymadan kimyasal reaksiyonları ve difüzyonu oluşturabilmesi büyük bir avantajdır.



Şekil 2.14 Buhar kaplama yönteminin basit gösterimi (Bunshah 2001)

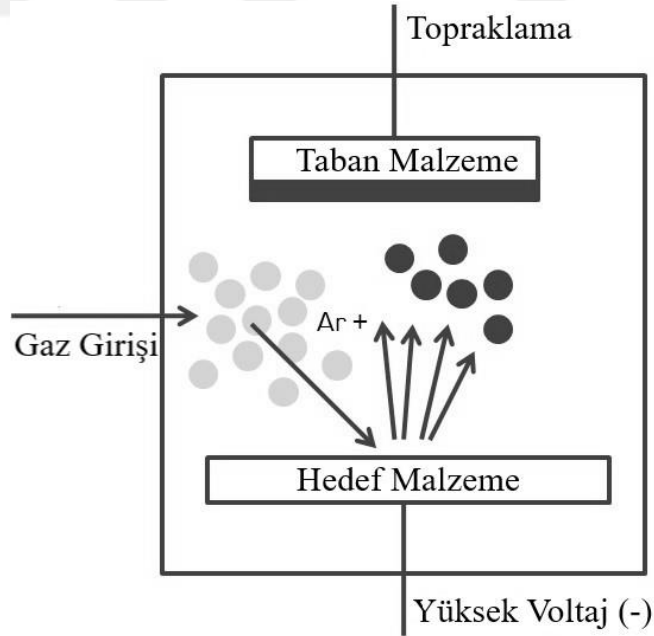
2.2.11. Sıçratma ile kaplama

Sıçratma işlemi bir momentum transferi şeklinde oluşmaktadır (Şekil 2.5) . Sıçratma yönteminde katı malzeme pozitif iyonlarla bombardıman yapılarak, atomlar yüzeyden kopartılmaktadır. Kaplanacak malzeme, hızlandırılmış iyonlar gibi hareket ederek enerjisi yüksek parçacıklarla bombardıman edildiği sırada hedeften saçılan atomlar taban malzemenin yüzeyinde bir film tabakası oluşturmaktadır.



Şekil 2.15. Sıçratma mekanizması (Seshan 2002)

Sıçratma yardımıyla PVD kaplama sistemi, negatif d.c. ya da r.f. potansiyelli uygulamada hedef malzemeleri ve taban malzeme tutucusunun bulunduğu vakum ortamından oluşmaktadır (Şekil 2.16).



Şekil 2.16. Sıçratma ile kaplama yöntemi

Taban malzeme tutucusu hedef malzeme ile karşılıklı bulunmaktadır. Her ikisi de topraklanmaktadır, negatif potansiyel uygulanabilmektedir ya da kendi haline

bırakılmaktadır. Bununla beraber hedef ve taban malzemeler ısıtılıp veya soğutulabilmektedir. Sistemin çalışma basıncı genellikle 10^{-3} ve 10^{-2} milibar aralığında tutulmaktadır. Hedef malzemelere 2-3 kilovoltluk potansiyel uygulanarak oluşan plazma pozitif iyonlar hedefe çarpıp sahip oldukları enerji sayesinde hedef malzemeden atomu kopartmaktadırlar. Bu şekilde hedef malzemeden atom koparılmasına sıçratma denilmektedir. Sıçratılmış atomlar taban malzemesine ulaşırlar ve böylece film oluşturulur. Sıçratma sırasında hedef yüzeyine pozitif yüklü iyonlar çarpar bunun sonucunda başka ara tepkimlerde oluşmaktadır. Örnek olarak çarpmanın etkisiyle çıkan ikincil elektronlar nedeniyle nötr haldeki sıçratma gazı atomlarının iyonize olmasına neden olmaktadır (Arnell and Kelly 1999). Sıçratma işlemi esnasında ortamdaki diğer malzemelerle reaksiyona girmeyecek olan inert gaz kullanılmalıdır. Sıçratma işlemi için genellikle pozitif yüklü argon gazı iyonları kullanılmaktadır (Bunshah and Juntz 1972).

2.2.12. Manyetik alanda sıçratma

Konvansiyonel düzlemsel magnetron da (Şekil 2.16.) oluşturulan iyonlar hedefe daha uzak bölgededir ve hedefe ilerlerken enerjilerinde belirli kayıplar oluşmaktadır. Bunun sonucunda birincil elektronlar anoda çarpıp atom koparamayacakları için iyonizasyon verimi düşecek ve buna bağlı olarak ikincil elektronların da miktarlarında azalma gerçekleşecektir.

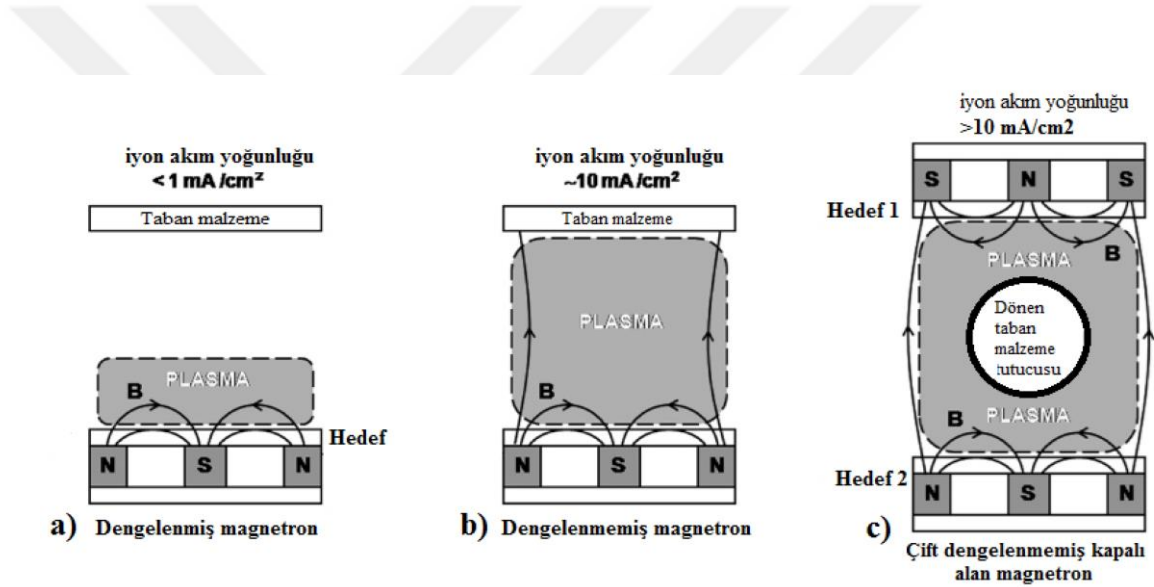
Sıçratma yöntemiyle oluşan plazmayı manyetik alan kullanarak hedefe daha yakın bir bölgeye yerleştirip, bunun sonucunda plazmadan elde edilecek verimi artırmak mümkün olacaktır. Manyetik alanda sıçratma metodunda hedef malzemeleri su soğutmalı mıknatıs veya elektro mıknatısları olan tutuculara yerleştirilmektedir. Hedefin merkez eksenini mıknatısların bir kutbunu oluşturmaktadır. Mıknatısların böyle dizilmesi elektrik ve manyetik alanların hedef üzerinde birbirine dik olmasını sağlamaktadır. Manyetik alanlar dikdörtgen veya dairesel şekillerinde farklı manyetik alanlar oluşturabilmektedirler (Şekil 2.17).

Dengelenmiş manyetik alanda sıçratma yöntemi ise ortamda bulunan elektronların plazma yoğunluğu hedef metalin ön kısmında oluşturmaktadırlar (Şekil 2.17.a). Oluşan plazma taban malzemeye uzak olduğu için plazma bölgesinde

2. KAYNAK ÖZETLERİ

bulunmayan taban malzeme yeteri kadar iyon bombardımanına maruz kalmaz ve böylece filmin kimyasal ve fiziksel özellikleri istenildiği gibi kontrol edilemez (Kelly 1994). Geleneksel manyetik alanda sıçratma yöntemlerinin olumsuz şartlarından dolayı dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi geliştirilmiştir (Şekil 2.17.b).

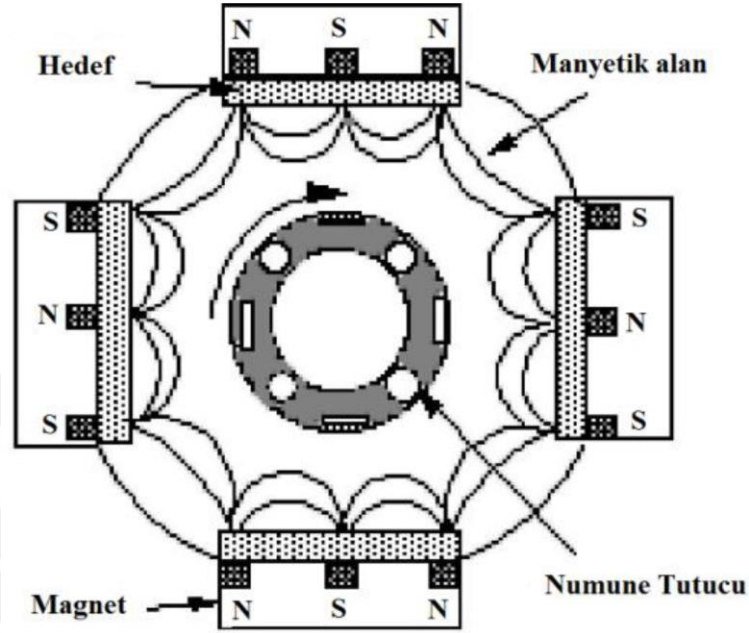
Dengesiz manyetik alanda sıçratma yönteminde ise manyetik alanda bulunan dış mıknatıslar merkezde bulunan mıknatıslara göre daha kuvvetli olup plazmanın manyetik alan çizgilerini takip edip, taban malzemeye kadar ulaşmasını sağlar ve iyon akım yoğunluğu artmaktadır. Böylece ikincil elektronların çoğu taban malzemeye doğru iletilmektedir. Pozitif iyonlar ise elektrostatik çekim kuvvetleri yüzünden elektronları takip edip taban malzemede oluşan iyon bombardımanı yoğunluğunu artıracaktır.



Şekil 2.17. Dengelenmiş ve Dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma

Dengesiz manyetik alanda sıçratma yönteminde çok sayıda yapılandırma uygulanabilmektedir. Bunlardan en çok kullanılanı kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemidir. Bu yöntemde iki ya da daha fazla manyetik alan kullanılmaktadır (Şekil 2.17c). Kapalı alan düzeninde manyetik alan çizgileri, plazma içinde bulunan elektronlara kapalı bir tuzak oluşturmaktadır (Şekil 2.18). Bu sebeple elektronların dışarı saçılma ihtimali çok az olacağından taban malzemenin bulunduğu bölgede yoğun bir plazma oluşmaktadır ve böylece büyüyen filmlerin uğrayacağı bombardıman yoğunluğu artırılmaktadır. Bu yöntem sayesinde taban malzemeye negatif potansiyel uygulanarak yüksek kalitede filmle elde edilmektedir. Sistemin iyonizasyonu ile ilgili olan taban malzemeye uygulanan negatif potansiyel, geleneksel iyon kaplama yöntemine göre çok

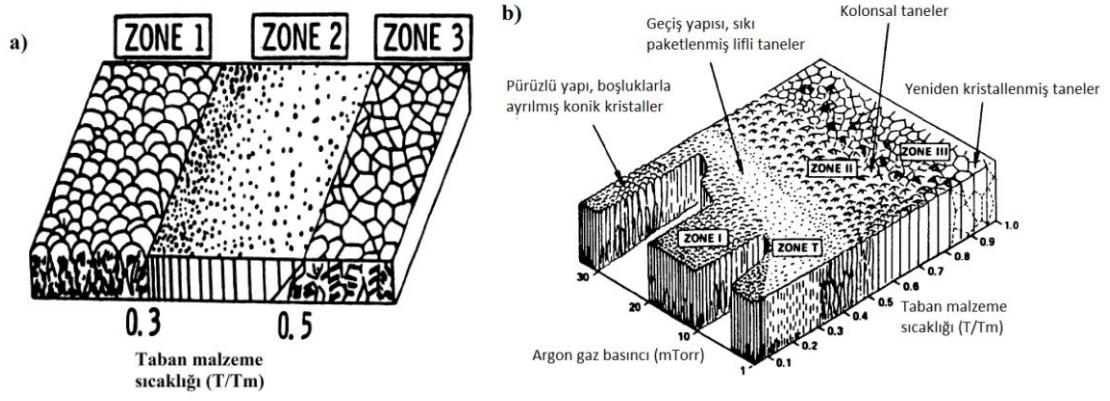
daha düşüktür (yaklaşık 50 V) (Kelly 1994). Teer' in 1991 yılında geliştirdiği dört magnetrona sahip kapalı alan dengelenmemiş magnetron sıçratma konfigürasyonu şekil 2.18'de verilmektedir.



Şekil 2.18. Kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma (Teer 1991)

Thornton'un büyütülen filmlerin yapı bölge modeli

Taban malzeme üstüne kaplanan filmlerin bir büyütülme modeli gösterilmesinden önce malzeme yüzeyinden ya da ara tabakası yüzeyinden etkilendiği bilinmektedir. Filmin büyüme modeli belirtildikten sonra filmin yapısı 'yapı bölge modeli'ne (Structure-Zone model) göre belirlenebilmektedir. Yapı bölge modeli en başta Movchan ve Demchishin adlı bilim insanları tarafından 1969 yılında vakum kaplamaları için kullanılmıştır (Şekil 2.19.a). Sonraki yıllarda Thornton yapı bölge modelini geliştirmiş ve magnetron sıçratma yöntemine uyarlamıştır (Şekil 2.19.b).



Şekil 2.19. Yapı-bölge modelleri (Movcahan 1969; Thornton 1977)

Düşük sıcaklık şartlarında film büyütme esnasında oluşabilecek film yapısını etkileyen faktörler şu şekilde sıralanmıştır.

- Sıçratılacak olan atomun taban malzemeye geliş açısı
- Kaplama sırasındaki sıcaklığın malzemenin ergime sıcaklığına oranı (T/T_m)
- Yoğuşma sırasındaki enerji çıkışı
- Atomların yüzey hareketliliği ve farklı kristalografik yönlenme durumları
- Yüzey pürüzlülük değerleri
- Kaplama hızları (deposition rate)
- Boşluk birleşimleri
- Kaplama sırasında oluşan kütle taşınımı ve tane büyümesi

Düşük çalışma basınç değerlerinde büyütülen filmlerin yüksek enerjili nötrallerin bombardımanı ile beraber aşağıdaki faktörlerde etkili olmaktadır;

- İnert ve reaktif gazlar büyütülen yüzeye tutunabilmesi
- Buharlaştan parçacıkların gaz saçılımı sağlaması
- Yüksek enerjiye sahip partiküllerin eş zamanlı olarak bombardımanı

Şekil 2.19.b'de verilmiş olan Thornton yapı-bölge modelleri aşağıda kısaca tanımlanmaktadır

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Bölge I (Zone I): Taban malzemesi geometrik kusurlara sahip olmasından dolayı hedeften gelmiş olan atomların yüzeye difüze olamamıştır. Bu nedenle kolonlar arasında açık sınırlar oluşmuştur. Bu morfolojiyle büyüyen filmlerin yüzeyleri dalgalı olarak gözükmemektedir.

Bölge T (Zone-T): Yapı modelinin bu bölgesindeki kaplamanın yüzey morfolojisi lifli bir yapıya sahip olmaktadır. Ayrıca bu bölge I 'den bölge II 'ye geçiş bölgesi olarak bilinmektedir. Bu tür yapılar düşük gaz basınç değerleri altında hedeften sıçratılacak yüksek enerjiye sahip nötrallerin oluşturduğu kaplamadır. Yüksek enerjiye sahip atomların kaplama esnasında taban malzemenin yüzeyindeki tepcikleri aşındırmakta ve çukurları belirli bir miktar doldurmaktadırlar.

Bölge II (Zone II): Bu bölgede büyütülecek olan kaplamalarda atomların taban malzemenin yüzeyine difüzyonu yüksek olacağı bilinmektedir. Bu difüzyon aracılığıyla kolonlar arasında bulunan sınırlar atomlar sayesinde doldurulmaktadır. Fakat temel kolonsal yapılar halen daha mevcut bulunmaktadır. Tane büyüklüğü artar ve kaplama yüzeyi yönlenebilir olmaktadır.

Bölge II (Zone III): Bu bölgede oluşan yoğun difüzyon yüzünden kaplamada tane büyümesi, yoğunlaşma ve kristalleşme meydana gelmektedir. Tek kristalli kaplamalarda yüksek seviyede değişime uğrayan kolonsal yapılar saptanmaktadır (Mattox 1998).

3. MATERYAL ve YÖNTEM

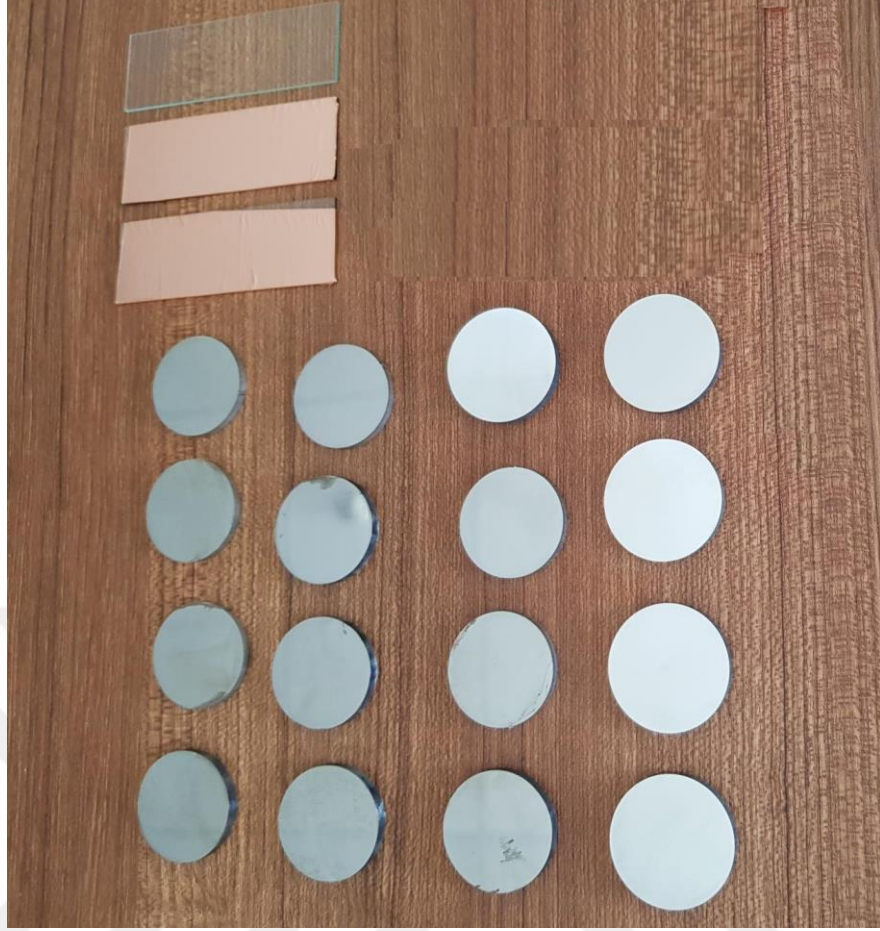
3.1. Taban Malzemeler

TiNi/MoS₂ fonksiyonel kaplamaların farklı taban malzemeler üzerindeki davranışlarını belirlemek için iki farklı çelik malzeme türü seçilmiştir. Bunlar AISI 52100 çeliği, AISI D2 çelikleridir. Satın alınan bu malzemelerin kimyasal kompozisyonu Çizelge 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Taban malzemelerin kimyasal kompozisyonu

AISI D2 Çeliği									
C	Mn	Si	Co	Cr	Mo	V	Ni	Cu	Fe
1.45	0.62	0.66	1.05	11.42	0.91	1.08	0.33	0.27	Balance
AISI 52100 Çeliği									
C	Mn	Cr	Si	Fe					
1.03	0.41	1.58	0.19	Balance					

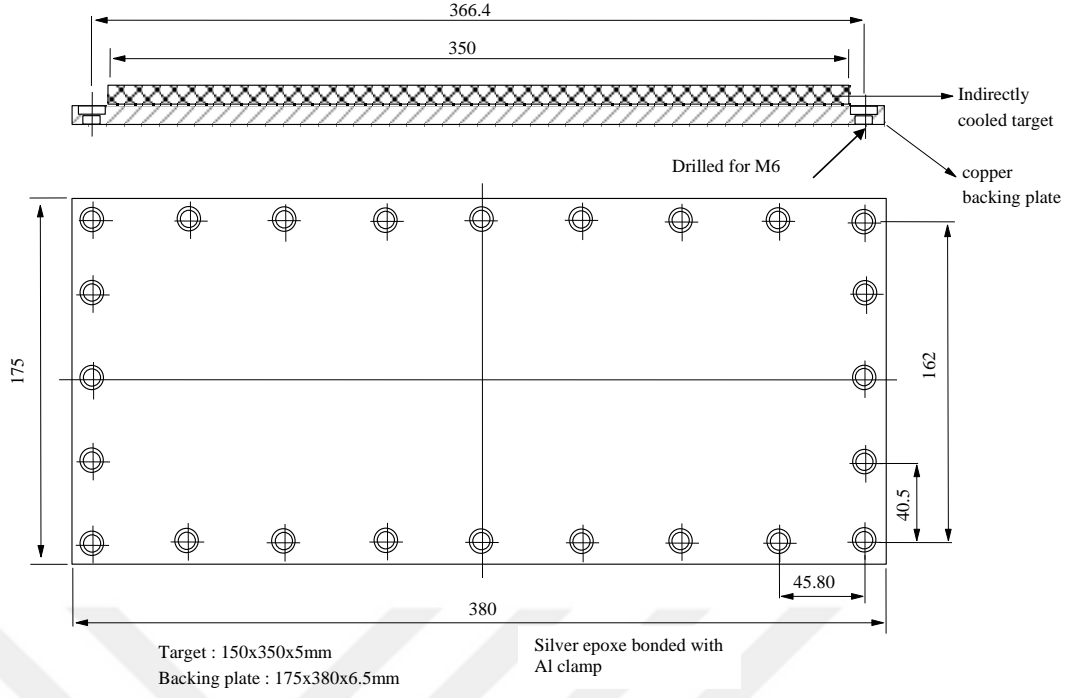
Çelik malzemeler 30mm çapında ve 3 mm kalınlığında tel erezyon yöntemi ile boyutlandırılmıştır. Taban malzemelerin yüzeyleri pasif tabakanın kaldırılması, mevcut kontaminasyonların giderilmesi ve kaplamaya hazır hale getirilmesi için kaba ve ince parlatmaya tabi tutulmuştur. Parlatma işleminde SiC zımpara kağıtları kullanılarak ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) değerlerinin yaklaşık olarak $Ra \approx 0.08 \mu\text{m}$ olması sağlanmıştır. Daha düşük pürüzlülük değerleri kaplamaların taban malzemelere tutunmasını (adezyon) azaltacağı için bu değer yeterli görülmüştür (Çicek ve Efeoglu 2016). Taban malzeme olarak ayrıca lam ve lam üzerine konumlandırılmış çok ince bakır plakalar kullanılmıştır. Bu ince bakır plakalar daha sonra kimyasal olarak çözülerek saf halde TiNi filmler elde edilecek ve bu filmler DSC testlerinde kullanılacaktır (Cicek vd 2015). Parlatma işlemine tabi tutulmuş taban malzeme örnekleri Şekil 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3.1. Parlatma işlemi yapılmış taban malzeme örnekleri

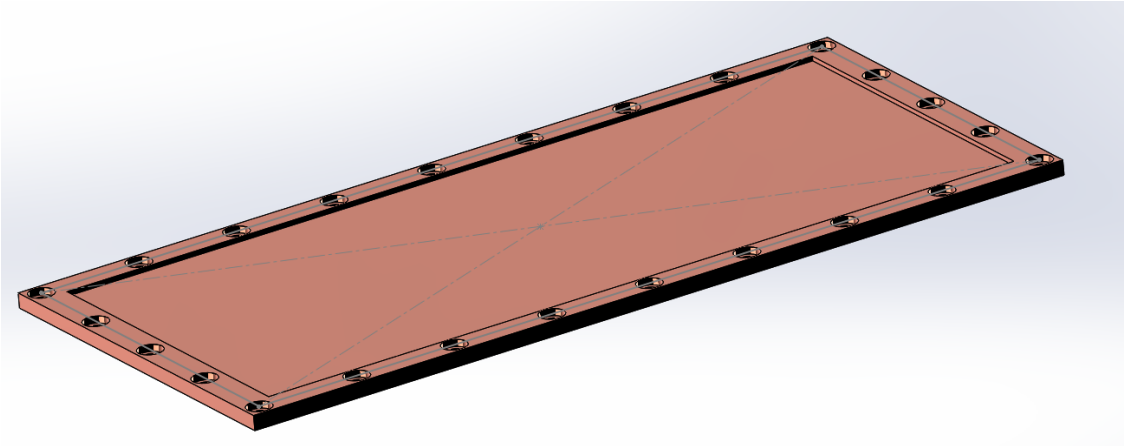
TiNi/MoS₂ fonksiyonel kaplamaların üretilmesi için bir adet eş atomlu TiNi hedef ve bir adet MoS₂ hedef alınmıştır. Satın alınan hedef malzemelerin geometrik boyutları Şekil 3.2’de verilmiştir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM



Şekil 3.2. Hedef malzemenin geometrik boyutları

Hedef ile magnetron arasında elektriksel ve termal iletimi sağlamak için bakır plakalar kullanılmakta söz konusu hedefler için üretilen bakır plakaların katı modeli Şekil 3.3'de verilmiştir. Hedefler ile bakır plakaların birbirine yapıştırılması için özel epoksi reçine satın alınıp kullanılmıştır.



Şekil 3. 3. Bakır plakanın katı modeli

3.2. Kaplama Sistemi ve Parametreleri

TiNi/MoS₂ fonksiyonel kaplamalar Atatürk Üniversitesinde bulunan fiziksel buhar kaplama (PVD) üretim yöntemlerinden olan kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma sistemi (CFUBMS) ile üretilmiştir. Sistemin resmi Şekil 3.4’de verilmiştir.



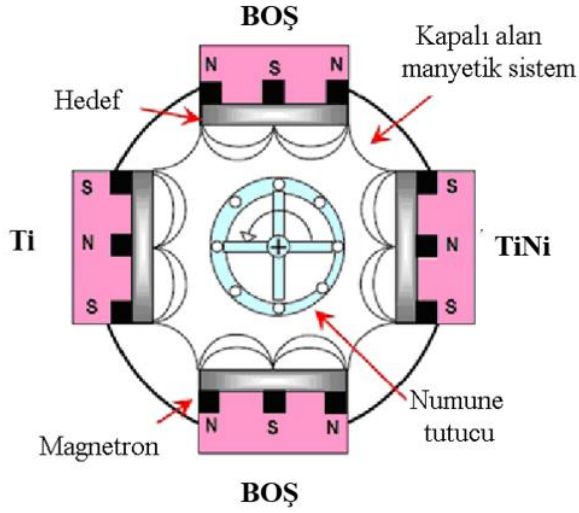
Şekil 3.4. Kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma sistemi (CFUBMS)

TiNi/MoS₂ fonksiyonel kaplamaların büyütülmesi için Taguchi metodu uygulanarak 9 farklı Run olarak kaplamaların üretilmesi planlanmıştır. Kaplama parametrelerinin detayları Çizelge 3.2’de verilmiştir. Taguchi metodunda deneyin optimum parametrelerini elde etmek için ortogonal dizileri içeren yüksek kesirli deneyler yapılır. Deneyler sonucunda elde edilen verilerin analizi ile belirlenmiş olan optimum şartlarda doğrulama deneyleri yapılarak, beklenen sonuçların elde edilip edilmediği tespit edilir (Taguchi 1987).

Çizelge 3.2. TiNi kaplamalar için belirlenen kaplama parametreleri

Run	Ti-Ni hedef akımı (Amper)	Ti hedef Akımı (Amper)	Çalışma Basıncı(Pa)	Taban Malzeme DC (Volt)
1	4	1	0,27	100
2	5	1,25	0,4	100
3	6	1,5	0,33	100
4	4	1,25	0,33	200
5	5	1,5	0,27	200
6	6	1	0,4	200
7	4	1,5	0,4	300
8	5	1	0,33	300
9	6	1,25	0,27	300

TiNi kaplamaların üretilmesinde hazırlanan taban malzemeler vakum çemberin içerisinde numune tutucularına yerleştirilmiştir. Kaplamaya başlamadan önce taban malzemelere vakum ortamında ve argon gaz atmosferinde 800 volt gerilim uygulanarak iyon temizleme işlemi argon gazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. İyon temizleme işlemi ile taban malzeme yüzeylerinde olması muhtemel kontaminasyonlar uzaklaştırılmış olup bu işlem 20 dakika sürmektedir. Daha sonra kaplama ile taban malzeme arasında daha iyi adezyon oluşması için 5 dakika süreyle titanyum ara tabakası büyütülmüştür. Bu ara tabakanın kalınlığı genellikle 50nm seviyelerinde olmaktadır. Bu işlemlerden sonra esas kaplama olan TiNi büyütme süreci başlatılmış olup bu işlem 60 dakika sürdürülmüştür. Kaplamaların daha homojen bir yapıda büyümesi için taban malzemeler vakum çemberin içerisinde 2 rpm hızında döndürülmektedir. Taban malzemeler ile hedefler arasındaki mesafe ise 90 mm olarak ayarlanmıştır. Eş atomlu TiNi hedef kullanılmasına rağmen kaplama da eş atomlu durumu sağlamak için ilave bir Ti hedef kullanılmaktadır. Bunun nedeni, nikelin sıçratılma oranı titanyumun sıçratılma oranından fazla olmasıdır. Bu süreçler tüm kaplama prosesleri için aynı şekilde uygulanmıştır. TiNi filmler belirlenen kaplama parametrelerinde büyütülmüştür. Ancak Run 8 kaplamaları yapılırken sistemde meydana gelen elektriksel dengesizlikten dolayı TiNi hedefe aşırı akım uygulanmış ve TiNi hedef kullanılamaz hale gelmiştir. Bu olumsuzluktan dolayı Run8 ve Run9 kaplamaları yapılamamış ve vazgeçilmiştir. Çalışmada, üretilen bu 7 tür kaplamalar üzerinden devam ettirilmiştir. Taban malzemelerin ve hedeflerin konumları Şekil 3.5(a)'da şematik olarak gösterilmiştir. Numunelerin magnetron sıçratma sistemine yerleştirilmesi de Şekil 3.5(b)'de fotoğraf olarak verilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 3.5. (a) Kaplama sisteminin şematik gösterimi, (b) numunelerin sisteme yerleştirilirken fotoğrafı

TiNi filmlerin ısıt işlemleri gerçekleştirildikten sonra bu filmlerin üzerine katı yağlayıcı MoS_2 kaplamalar yapılmıştır. Bu kaplama ile ilgili parametreler Çizelge 3.3’de verilmiştir. Daha önce yapılan çalışmalar da göz önüne alınarak (Baran vd 2014) dört farklı hedef akımı kullanılarak MoS_2 kaplamalar büyütülmüş ve sonuçlar karşılaştırılmış, mekanik ve tribolojik özellikler için optimum değerler çalışma kapsamında belirlenmiştir.

Çizelge 3.3. MoS_2 kaplamalar için uygulanan kaplama parametreleri

	MoS ₂ Hedef Akımı (Amper)	Taban malzeme DC (volt)	Argon gaz akışı (sccm)	Süre (dakika)
Run-1	0,75	100	25	40
Run-2	1	100	25	40
Run-3	1,25	100	25	40
Run-4	1,5	100	25	40

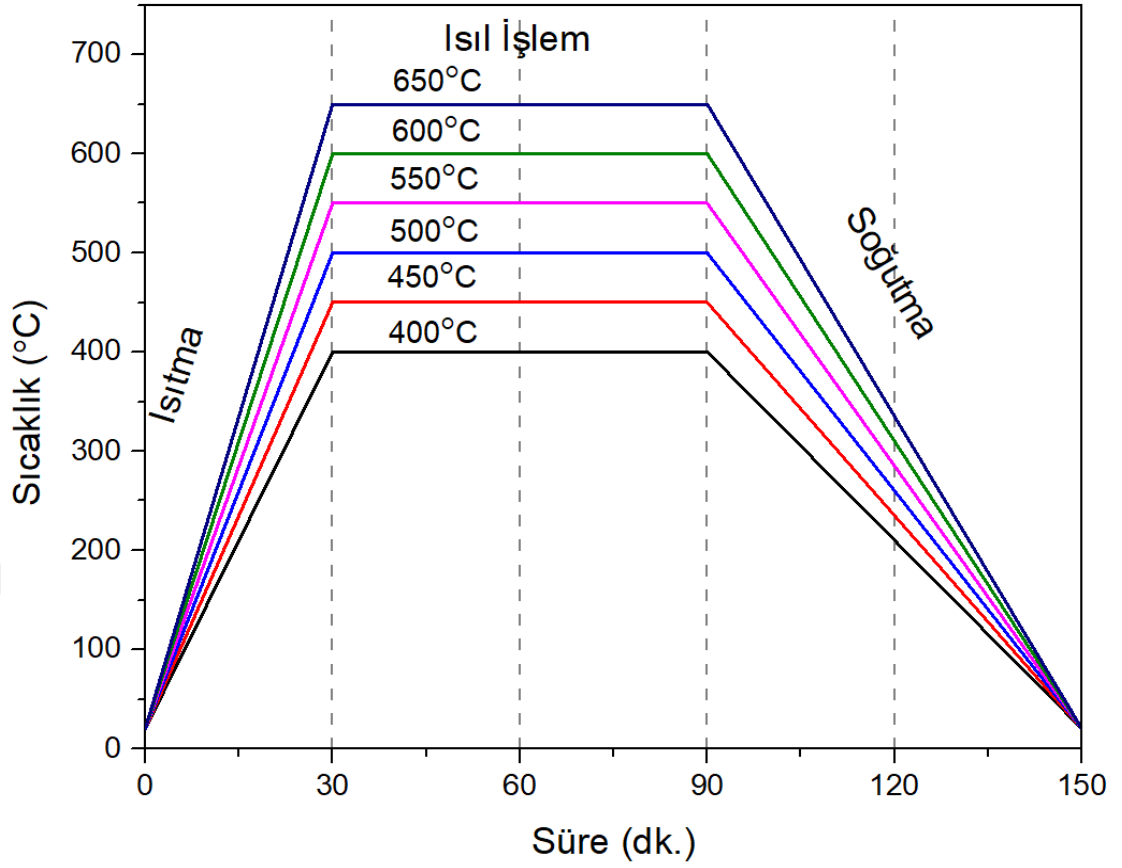
3.3. TiNi Alaşımli Filmlerin Isıl İşlemi

Magnetron sıçratma yöntemi ile büyütülen TiNi filmler amorf yapıya sahiptirler. Bunları kristal yapıya (östenit veya martenzit) dönüştürmek için uygun sıcaklık ve sürelerde ısıl işleme tabi tutulması gerekmektedir. Bu çalışmada, literatürdeki değerler de dikkate alınarak (Zhang et al. 2007) 6 farklı sıcaklıkta 60 dakika süre ile farklı ısıl işlemler uygulanarak hangi durumunda istenilen iç yapının elde edileceği tespit edilmiştir. Belirlenen bu parametrelere göre bütün TiNi filmler ısıl işleme tabi tutulmuştur. Isıl işlemin gerçekleştirildiği Erzurum Teknik Üniversitesi makine mühendisliği bölümü malzeme laboratuvarındaki tüp fırın Şekil 3.6’da verilmiştir.



Şekil 3.6. Vakum ve gaz kontrollü ısıl işlem fırını

Isıl işlem sırasında oksijenin varlığı TiNi şekil hafızalı filmin faz dönüşüm sıcaklıklarını önemli derecede değiştirmektedir (Miyazaki and Ishida 1999). Bu yüzden oksijensiz bir ortam doğru ısıl işlem için çok önemlidir. Bu çalışmada TiNi filmler tüp fırına yerleştirildikten sonra tüp vakum pompası ile vakumlanarak mevcut atmosfer temizlenmiş ve daha sonra içeriye yüksek saflıkta argon gazı verilerek koruyucu atmosfer sağlanmıştır. Bu şartlar altında ısıl işlemler gerçekleştirilmiştir. Isıl işlem sıcaklık ve parametreleri Şekil 3.7’de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.7. TiNi alaşımlı filmlere uygulanan ısıtma parametreleri

3.4. Yapısal Özelliklerin Analizi

Magnetron sıçratma yöntemi ile büyütülen TiNi filmlerin kristal yapılarının belirlenmesi için X-Ray difraktometre analizleri yapılmıştır. GNR-Explorer markalı cihaz (Şekil 3.8) yardımıyla filmler 10° - 100° tarama açılarında bakır $K\alpha$ (dalga boyu 1.54 Angström) x-ışını kaynağı kullanılarak belirlenmiştir.



Şekil 3.8. XRD cihazı

Kaplamaların yüzey ve kesit görüntüleri ise Quanta FEG 250 taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.9). Kimyasal kompozisyonun belirlenmesi için EDS analizleri gerçekleştirildi.

Bu analizlere ilaveten TiNi filmlerin kristal yapıya dönüştürüldükten sonraki martenzit fazdan östenite faza ve östenit fazdan martenzit faza dönüşüm sıcaklık ve aralıklarının belirlenmesi için diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizleri gerçekleştirildi. Tarama aralığı olarak -50°C ile 550°C sıcaklık aralığı belirlenmiştir. Tarama hızı olarak ise $5^{\circ}\text{C}/\text{dk.}$ seçilmiştir.



Şekil 3.9. Taramalı elektron mikroskobu

3.5. Mekanik ve Tribolojik Özelliklerin Belirlenmesi

TiNi/MoS₂ filmlerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi için mikrosertlik SHİMADZU HMW-G20 markalı cihazıyla analizleri yapıldı. Vickers yöntemi kullanılarak belirlenen mikrosertlik değerleri, 10 g kuvvet yük altında 15 sn süreyle yükün uygulanması sonucu elde edilen izden faydalanılarak hesaplanmıştır. Sertlik ölçme cihazı Şekil 3.10'da verilmiştir.



Şekil 3.10. Mikrosertlik ölçüm cihazı

Büyütülen filmlerin aşınma deneylerini Şekil 3.11 verilen Bruker-UMT tribometre test cihazı vasıtasıyla yapılmıştır. Aşınma testlerinde kullanılan parametreler Çizelge 3.4’de verilmiştir. Ayrıca numunelerin aşınma oranları aşağıdaki eşitlik yardımıyla hesaplanmıştır.



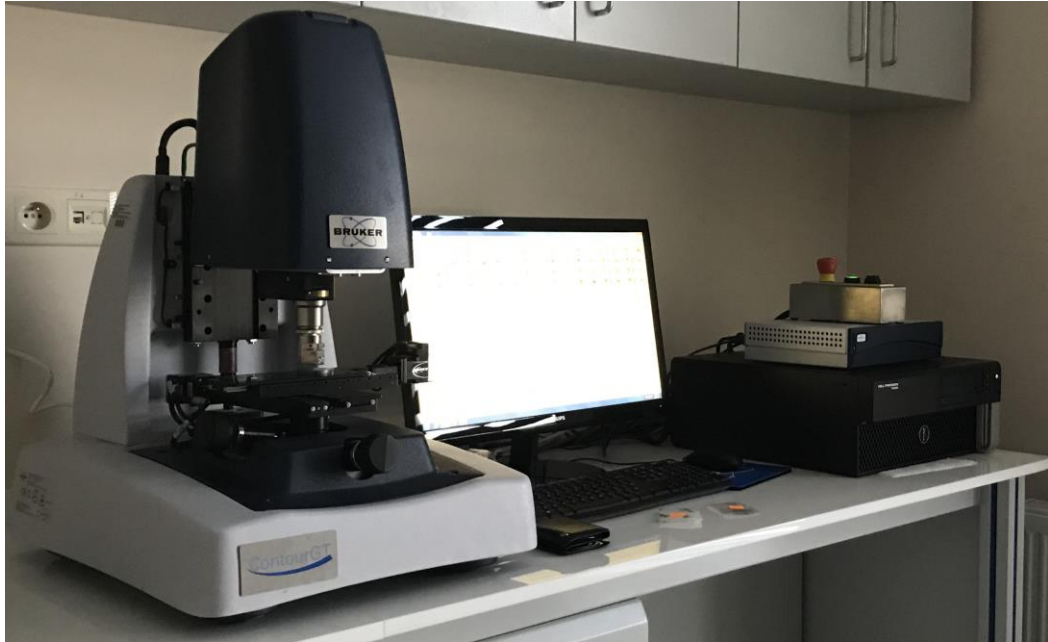
Şekil 3.11. Tribometre test cihazı

$$\text{Aşınma Oranı (mm}^3\text{/Nm)} = \frac{\text{Aşındırılan Hacim (mm}^3\text{)}}{\text{Uygulanan Yük (N).Aşınma Mesafesi(m)}} \quad (3.1)$$

Çizelge 3. 4. Aşınma parametreleri

Parametreler	Değerler
Test türü	Pin-on-Disc
Uygulanan yük (N)	5
Aşınma izi çapı (mm)	5
Aşınma hızı (RPM)	150
Sıcaklık (°C)	22±2
Karşı bilye malzemesi	Al ₂ O ₃
Aşındırma Mesafesi(m)	30
Aşındırma Süresi (sn)	1274

Aşınma deneyleri sonrası numunelerin aşınma hacimleri belirlemek, parlatma sonrasında ve kaplama yapıldıktan sonra numunelerin yüzey pürüzlülük değerleri belirlemek için Bruker Contour GT markalı 3D profilometre (Şekil 3.12) cihazı kullanılmıştır. Her bir aşınma izinden alınan aşınma izi kesit alanı değerleri ile her bir izin uzunluğu ile çarpılıp aşınma hacimleri belirlenmiştir.



Şekil 3.12. 3D Profilometre cihazı

4. ARAŐTIRMA BULGULARI ve TARTIŐMA

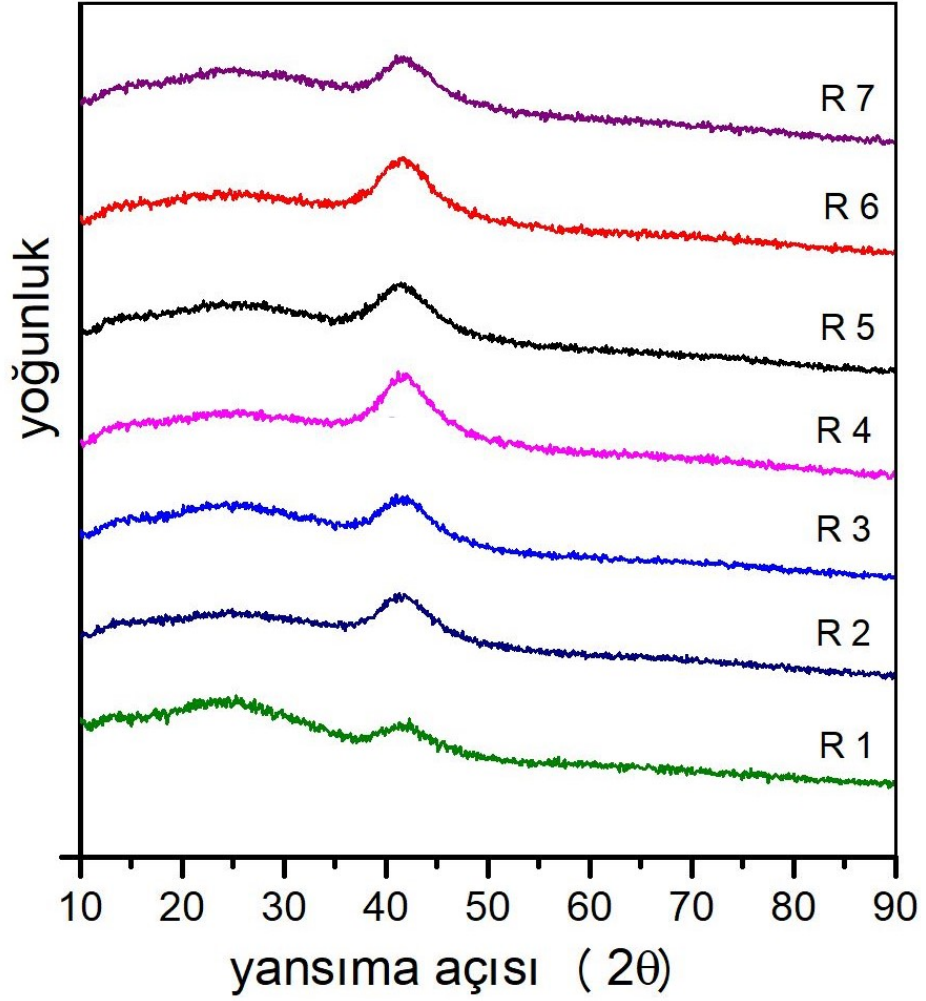
4.1. Yapısal Özellikler

Magnetron sıçratma yöntemiyle büyütölen TiNi filmlere ait örneđ resim Őekil 4.1’de verilmiŐtir.



Őekil 4.1. Farklı taban malzemeler üzerine büyütölmüŐ TiNi filmler

Magnetron sıçratma yöntemi ile büyütölen TiNi filmlerin amorf yapıda oldukları yapılan XRD analizleri ile belirlenmiŐtir. Magnetron sıçratma yöntemiyle büyütölen TiNi filmler genelde amorf olmaktadır (Chen and Ting 2001).



Şekil 4.2. Amorf XRD grafikleri

Magnetron sıçratma yöntemi ile büyütülen TiNi filmlerin amorf yapıda olduğu Şekil 4.2’de görülmektedir. XRD grafiğinde yaklaşık 42°’de pikler nispeten belirginleşmiş olsada tam olarak pik görülmemektedir. Bu yüzden TiNi filmlerin amorf yapıda olduğu tespit edilmiştir.

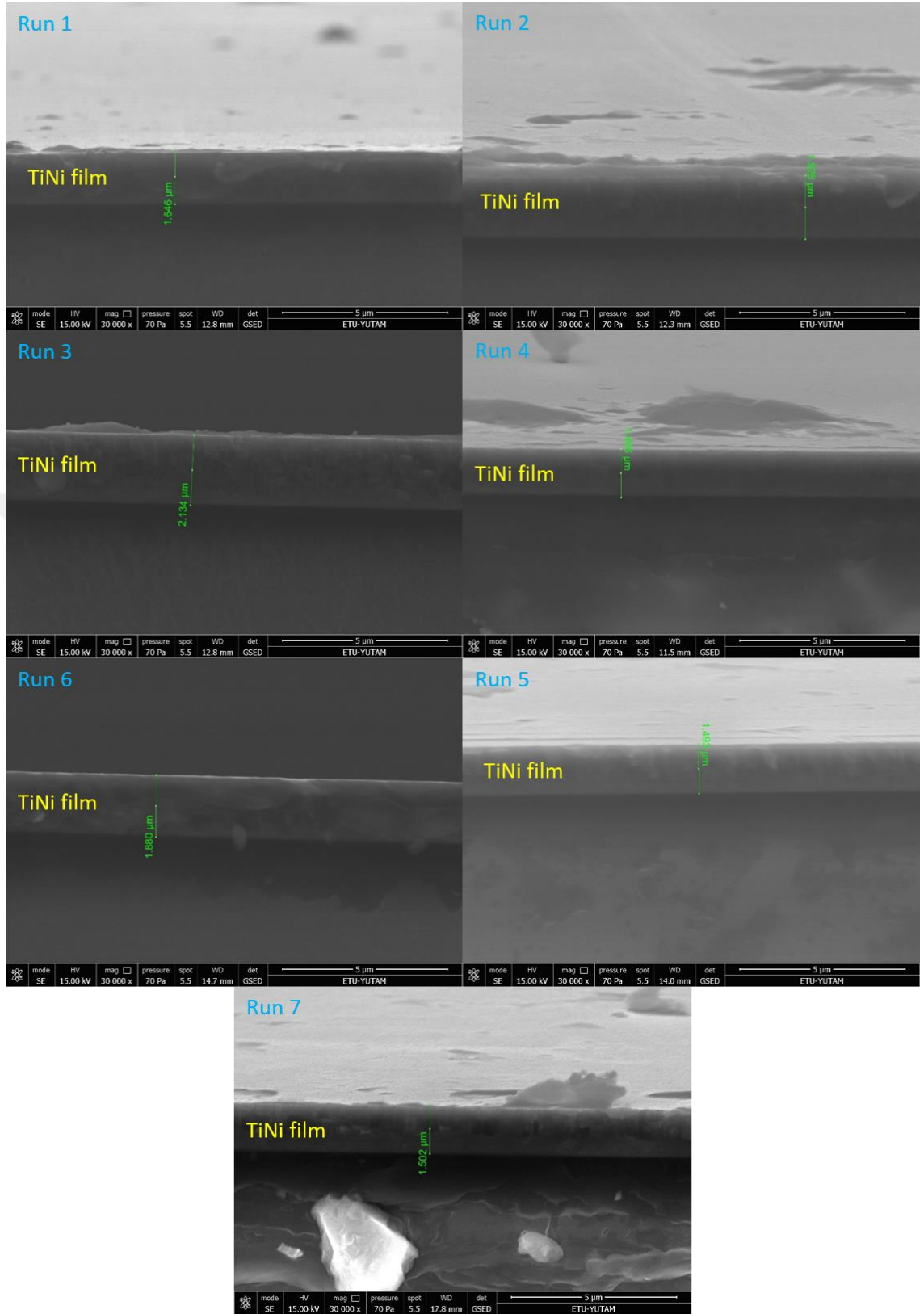
Büyütülen amorf yapıdaki TiNi filmlerin kesit SEM görüntüleri Şekil 4.3’de verilmektedir. Kesit SEM görüntüleri incelendiğinde TiNi filmlerin oldukça yoğun, boşluksuz bir yapıda büyütüldüğü görülmektedir. Kırılma yüzeyleri incelendiğinde amorf yapıdaki bu filmlerden beklenildiği üzere genel anlamda sünek kırılma sergilediği tespit edilmiştir. Kırılma yüzeyleri düz ve çentiksizdir. Filmlerin kalınlık değerleri de kesit SEM görüntülerinden tespit edilmiş ve Çizelge 4’de verilmiştir. İşlem öncesinde TiNi film kalınlıklarınının 1.5 µm ile 2.5 µm arasında olması öngörülmüştü. Film kalınlıkları değerlendirildiğinde, bu değerlerin başarılı bir şekilde yakalandığı tespit edilmiştir. En

düşük kalınlık değeri olarak 1.52 μm ile Run7 filminde, en yüksek kalınlık ise 2.10 μm değeri ile Run3 filminde edilmiştir. Diğer bütün değerler bu iki değer arasındadır. Kalınlık değerleri ile kaplama parametreleri değerlendirildiğinde, TiNi hedefe uygulanan akımın yükselmesi kaplama kalınlığının artışına sebep olduğu açıkça görülmüştür.

TiNi filmlerin kimyasal kompozisyonlarının belirlenmesi için EDS analizleri yapılmış ve bu analizler grafikleriyle birlikte Çizelge 4.2 ve Çizelge 4.3’de verilmiştir. Kimyasal kompozisyon şekil hafızalı TiNi filmler için çok önemli bir kriterdir (Fu et al. 2001). Atomik yüzde olarak titanyum ve nikel atom oranları ne kadar birbirine yakın ise o kadar iyi şekil hafıza özelliği elde edilebilmektedir. Yapılan EDS analizleri değerlendirildiğinde üretilen bütün filmlerde bu oranların literatürdeki değerlere kıyasla birbirine oldukça yakın olduğu ve bu değerlerde şekil hafıza özelliğinin gerçekleştirilebileceği rahatlıkla söylenebilir. Filmlerin atomik yüzde oranları Çizelge 4.1’de verilmiştir. En yakın atomik yüzdeler %50.38 Ti ve %49,62 Ni oranları ile Run5 filminde elde edilmiştir. En uzak değerler ise %52.60 Ti ve %47.40 Ni oranları ile Run6 filminde elde edilmiştir. Diğer oranlar bu değerler arasındadır. Elde edilen atomik yüzdeler kaplama parametreleri ile karşılaştırıldığında, eş atomik oranının Run5 kaplamalarında (5A TiNi, 1.5A Ti) olması burada hedeflere uygulanan akım değerlerinin optimum değer olduğunu göstermektedir. En uzak eş atomik oranının Run6 (6A TiNi, 1A Ti) olması da bu akım değerlerinde eşitlikten uzaklaşmış olduğunu göstermektedir. Diğer sonuçlara bakıldığında optimum değer olan 5A TiNi, 1A Ti akım değerlerinden uzaklaştıkça atomik oranlarında birbirinden uzaklaştığı açıkça görülmektedir. Taban malzeme gerilimiyle film yoğunluğunda etkili olduğu bilinmektedir. Ayrıca çalışma basıncı değişimiyle film kalınlıkları arasında belirgin bir bağlantı görülmemektedir. TiNi hedef akımı değişimi ile film kalınlıkları karşılaştırılsa, aynı türde taban malzeme aynı taban malzeme gerilimi altında TiNi hedef akımı artışıyla beraber film kalınlıkları arttığı gözlenmektedir. Bu durum hedef akımı arttıkça sıçratma oranı da arttığı için plazma yoğunluğu da artmakta ve film kalınlıklarında da artış görülmektedir (Mattox 1998).

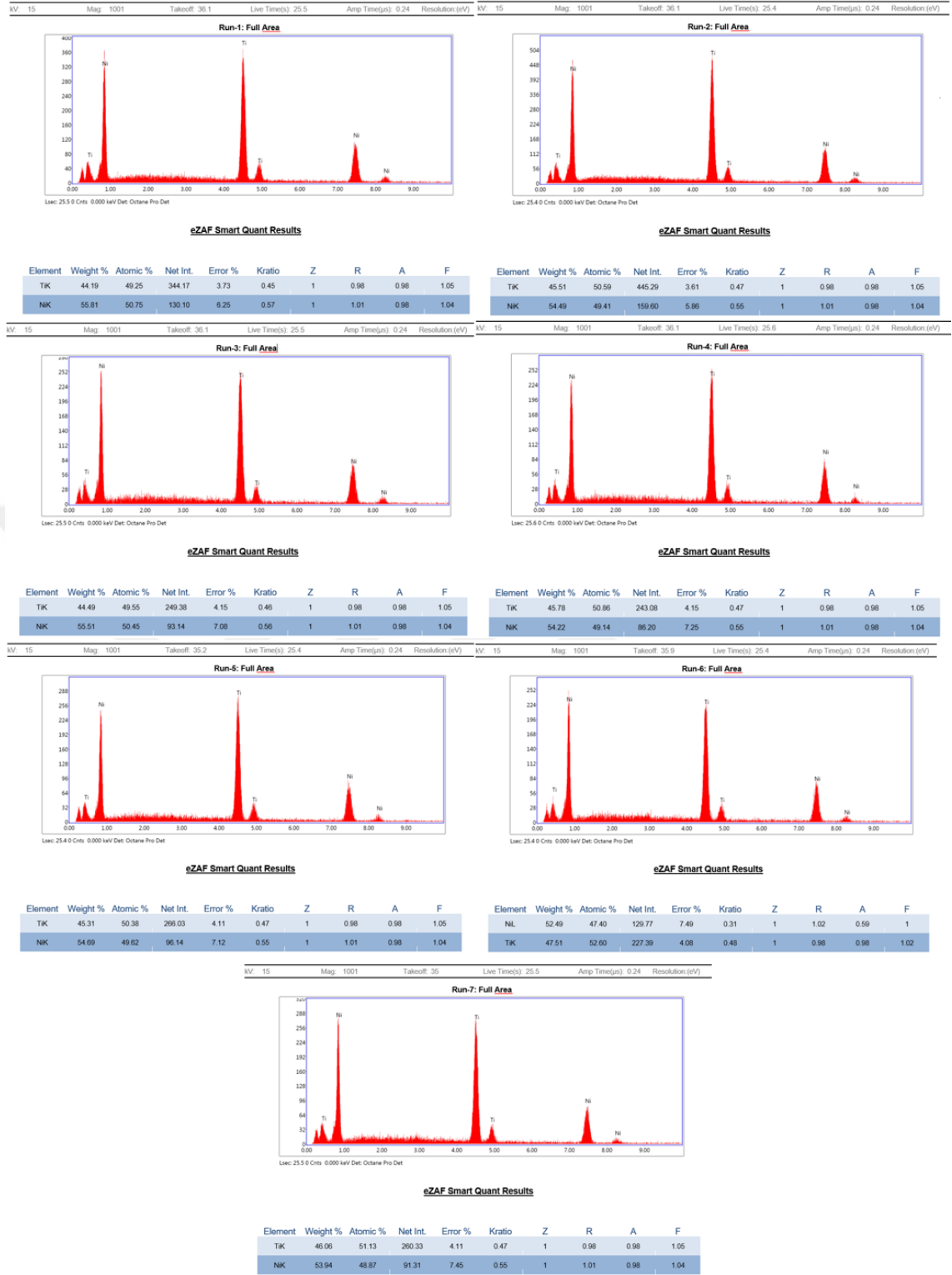
Gerek kaplamaların kalınlık değerleri, gerekse kimyasal kompozisyonun kaplama parametrelerinden özellikle uygulanan akım değerine bağlı olarak doğrudan değişkenlik gösterdiği belirlenmiştir.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA



Şekil 4.3. Büyütülen TiNi filmlerin (amorfl yapıda) kesit SEM görüntüleri

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

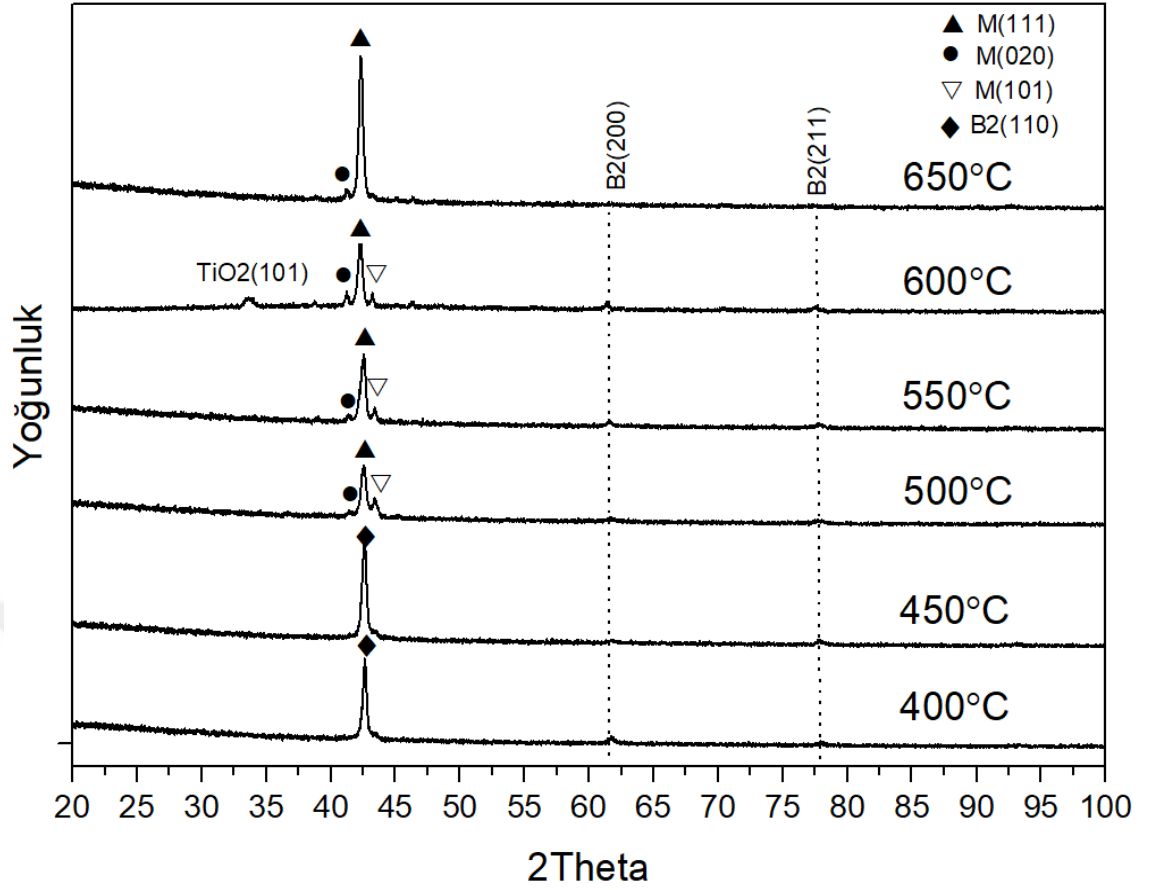


Şekil 4.4. TiNi filmlerin kimyasal kompozisyon analiz grafikleri

Çizelge 4.1. TiNi filmlerin atomik yüzde oranları ve kalınlık değerleri

	Atomik Yüzdeler		Kalınlık (μm)
	Ti	Ni	
R1	49,25	50,75	1,65
R2	50,59	49,41	1,90
R3	49,55	50,45	2,10
R4	50,86	49,14	1,50
R5	50,38	49,62	1,85
R6	52,60	47,40	1,55
R7	51,13	48,87	1,52

TiNi filmlerin kristal yapıya dönüştürülmesi için 400°C, 450°C, 500°C, 550°C, 600°C ve 650°C sıcaklıklarda ve yüksek vakum içerisinde ısıl işlem yapılmıştır. TiNi filmler hemen oksitlenme eğilimi göstermekte ve oksitlendiğinde şekil hafıza etkisi görülmemektedir. Literatürde oksitlenmeyi engellemek için genelde yüksek vakum içerisinde ısıl işlem yapılmaktadır (Chu et al. 2000). Isıl işlemde, kimyasal kompozisyonca birbirine en yakın olan Run 5 kaplamanın (Ti %50,38) cam numuneleri kullanılmıştır. Yapılan ısıl işlemler sonucunda elde edilen kristal yapıların XRD grafikleri Şekil 4.5’de verilmektedir. XRD grafikleri incelendiğinde, B2(110) östenit fazın 400°C ve 450°C sıcaklıklarda yapılan ısıl işlemlerde elde edildiği görülmektedir. Isıl işlem sıcaklığının artmasıyla kristal yapı fazının martenzite doğru gittiği görülmektedir. 500°C den 650°C sıcaklık aralığında martenzit temelli kristal yapı fazları TiNi filmlerin yapısını oluşturduğu belirlenmiştir. M(111) martenzit fazının yapıda baskın olarak bulunduğu XRD grafiklerinden açıkça görülmektedir. Bu faza ek olarak M(101) ve M(020) fazları da 650°C sıcaklıkta yapılan ısıl işlem sonuçlarında meydana gelmiştir. Diğer taraftan, çok küçük TiO₂, B(200) ve B(211) fazları da 600°C sıcaklıkta yapılan ısıl işlem sonucunda tespit edilmiştir.



Şekil 4.5. Altı farklı sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulan TiNi filmlerin XRD grafikleri

XRD grafiklerinde bir diğer önem arz eden durum ise ısıl işlem sıcaklığının artması ile martenzit piklerinin az da olsa sola doğru kaymış olmasıdır. Bu durum, ısıl işlem sıcaklığının artmasıyla martenzit kristal yapısının daha da çarpıldığının bir göstergesidir (Miyazaki and Ishida 1999).

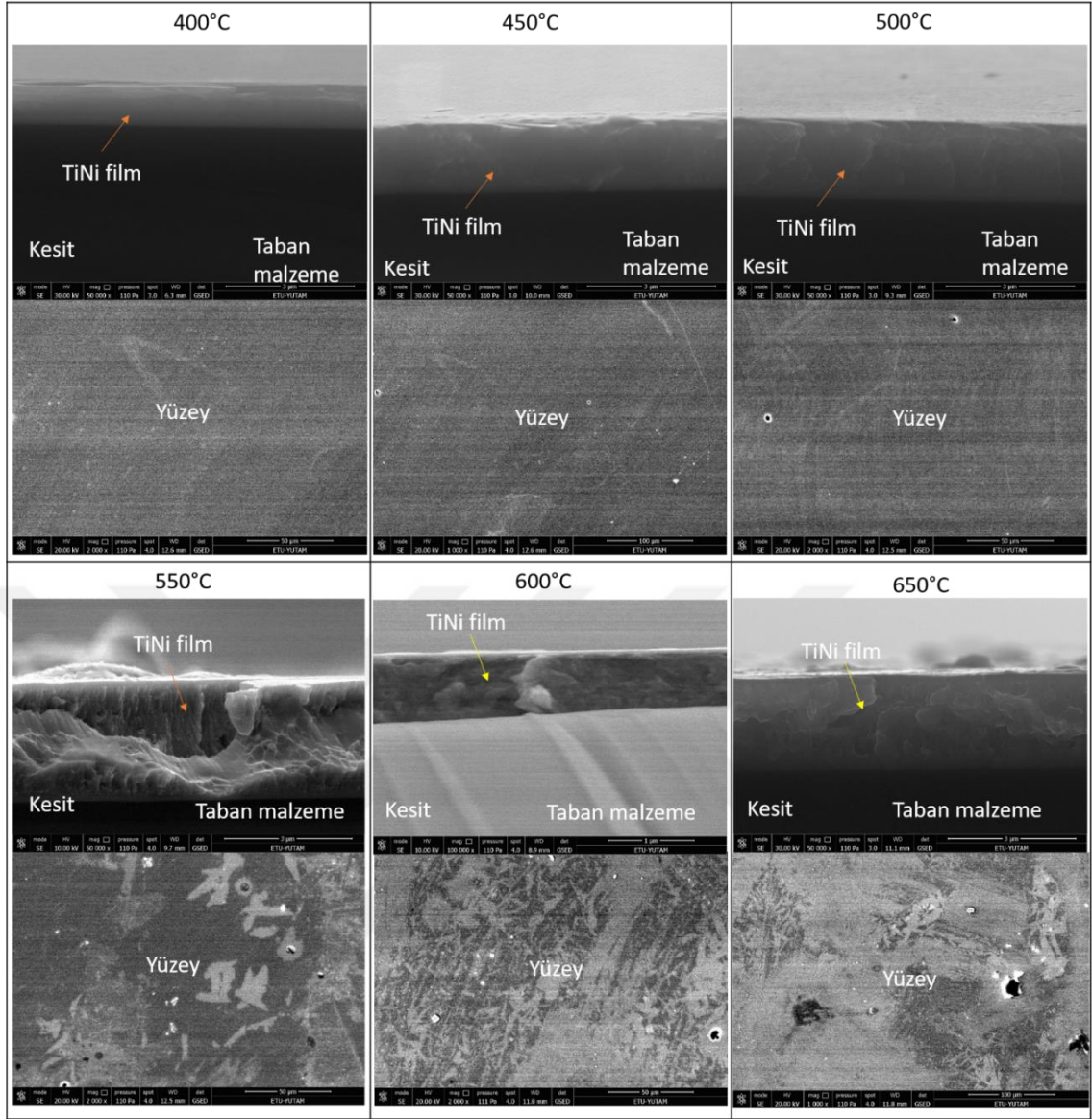
Isıl işleme tabi tutularak kristal yapıya dönüştürülen TiNi filmlerin kesit ve yüzey SEM görüntüleri Şekil 4.6'da verilmektedir. Sem görüntüleri incelendiğinde, 400°C ve 450°C derecede gerçekleştirilen ısıl işlemler sonucu elde edilen filmlerin kesitlerinde pekte gevrek olmayan, sünek kırılmaya yakın bir kırılma ara yüzeyi görülmektedir.

Bu filmlerin yüzeyleri incelendiğinde, XRD sonuçlarının da desteklediği üzere martenzit faz oluşumuna rastlanmamıştır. 500°C ısıl işlem sonucuna bakıldığında ise bir önceki filmlere göre biraz daha kırılğan/gevrek bir ara yüzey görüntüsü sergilediği söylenebilir. Yüzey de ise yine çok belirgin olmayan martenzit fazlar görülebilmektedir. 550°C de yapılan ısıl işlem sonuçları incelendiğinde ise, kesit yüzeyinin artık tamamen

gevrek bir kırılma gösterdiği ve yapının ise kolonlu bir görünüş sergilediği tespit edilmiştir.

Yüzey görüntülerinde ise martenzit faz oluşumlarının açıkça görüldüğü tespit edilmiştir. Gevrek kırılmış ara yüzey 600°C de ısıl işlem görmüş TiNi filmlerde de açıkça görülmektedir. Ayrıca TiNi filmlerin XRD sonucu incelendiğinde 600°C'deki yapıda martenzit ve östenit fazlara ilaveten TiO₂(101) fazı çok belirgin bir şekilde mevcuttur (Lai et al. 2015). Bu filmin yüzeyi incelendiğinde martenzit fazlar görülmekte fakat 550°C ye göre daha küçük boyutlarda olduğu açıkça söylenebilir. En yüksek ısıl işlem sıcaklığı olan 650°C sonuçları incelendiğinde, filmin yarı-kolonsal bir yapıya sahip olduğu ve yarı gevrek bir kırılma sergilediği görülmektedir. Yüzey görüntüsü incelendiğinde ise martenzit fazların görülebildiği fakat faz boyutlarının oldukça küçük olduğu, dentritik bir yapı sergilediği görülmüştür.

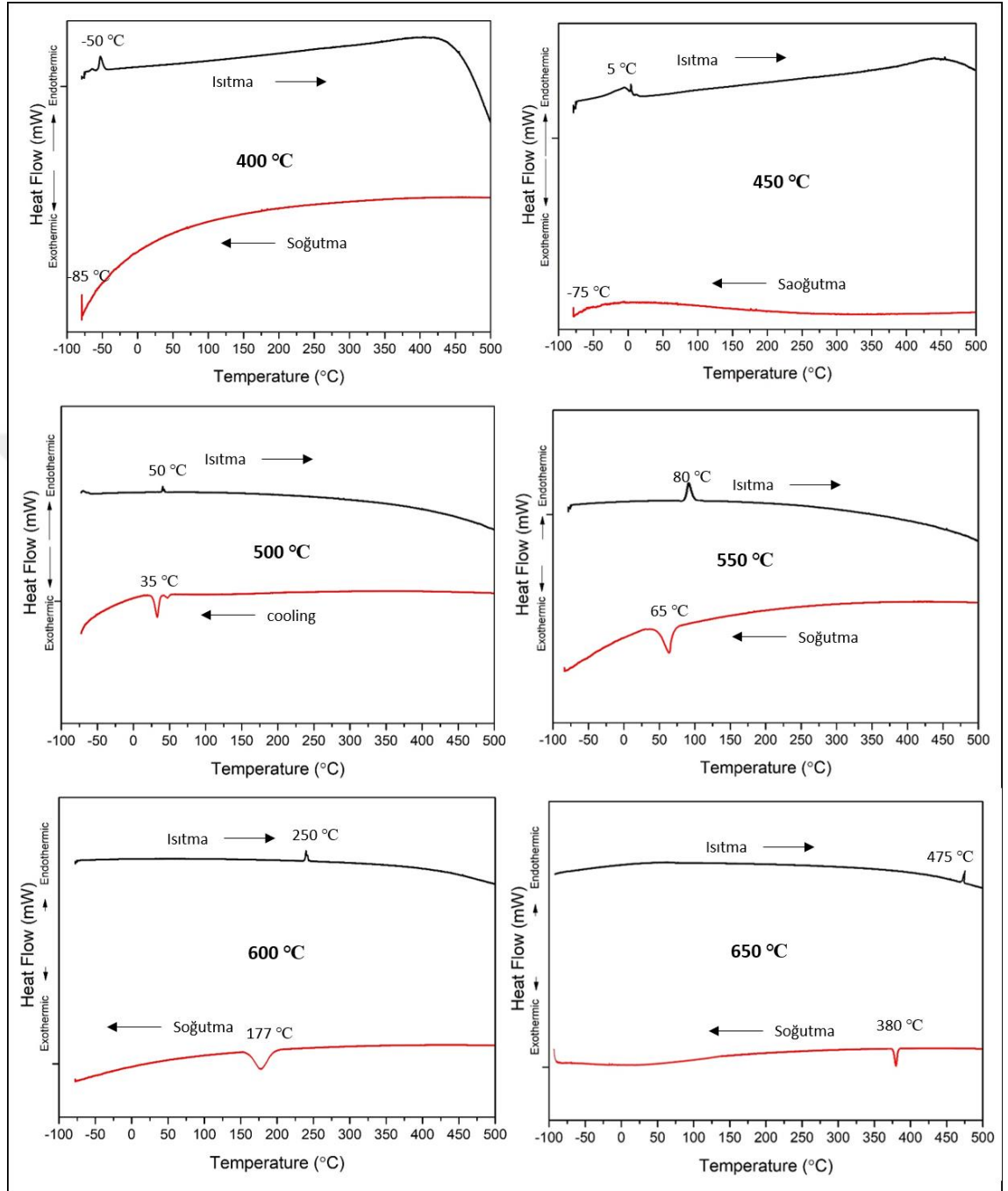
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA



Şekil 4.6. Farklı sıcaklıklarda ısıl işleme tabi tutulan TiNi kaplamaların kesit ve yüzey SEM görüntüleri

Magnetron sıçratma yöntemi ile büyütülen TiNi filmlerin sıcaklık değişimi ile faz dönüşümlerinin belirlenebilmesi için DSC analizleri yapılmıştır. Kristal yapılu TiNi filmlerde ısıtma durumunda martenzit fazdan östenit faza endotermik bir dönüşüm ile faz dönüşümü gerçekleşir. Soğutma durumunda ise östenit fazdan martenzit faza ekzotermik bir dönüşüm ile faz dönüşümü meydana gelmektedir.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA



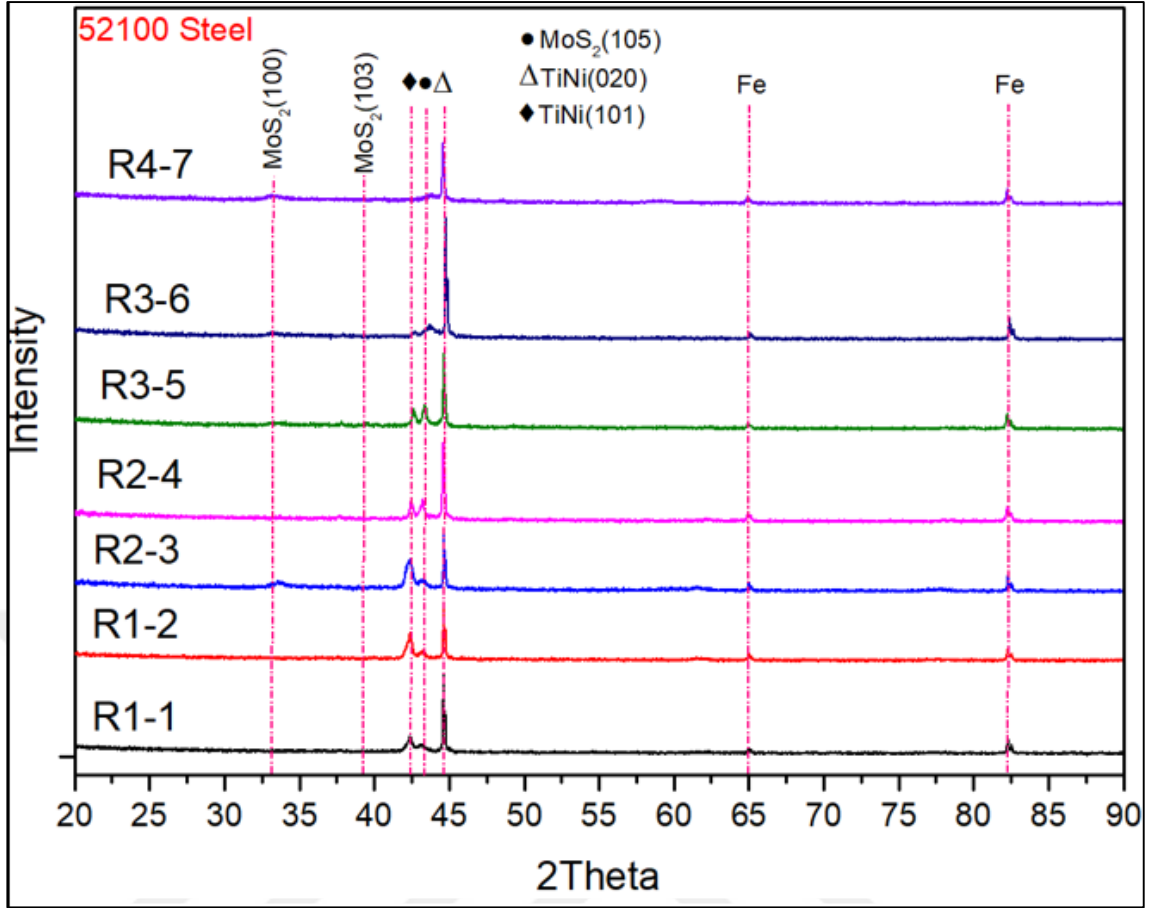
Şekil 4.7. Altı farklı sıcaklıkta ısıl işlem yapılan TiNi filmlerin DSC analiz grafikleri

Altı farklı sıcaklıkta yapılan ısıl işlemler sonucunda elde edilen TiNi filmlerin ısıtma ve soğutma durumlarında elde edilen DSC eğrileri Şekil 4.7’de verilmektedir. Faz dönüşümünün olduğu sıcaklık değerleri DSC eğrileri üzerinde belirtilmiştir. 400°C ve 450°C sıcaklıkta elde edilen DSC grafikleri değerlendirildiğinde, östenit faz dönüşüm

sıcaklıklarının oda sıcaklığının altında sırasıyla -50°C ve 5°C olduğu görülmektedir. Bu filmlerin martenzit dönüşüm sıcaklıklarının ise sıfır derecenin altın -75°C ve -85°C olduğu görülmektedir. Bu değerler, çalışma kapsamında istenen değerlerin altında kalmaktadır. 500°C ve 550°C de yapılan ısıtma işlemlerinin DSC sonuçları incelendiğinde, östenit dönüşüm sıcaklıklarının oda sıcaklığının üzerinde, sırasıyla 50°C ve 80°C olduğu görülmektedir. Martenzit dönüşüm sıcaklıkları incelendiğinde de oda sıcaklığının üzerinde olduğu ve sırasıyla 35°C ve 65°C olarak meydana geldiği görülmektedir. Bu iki değer çalışma kapsamında istenen değerlere uygundur. Bu filmler oda sıcaklığında martenzit faza sahiptirler. Fakat 500°C sonuçlarında martenzit dönüşüm sıcaklığı 550°C ye göre oda sıcaklığına daha yakındır dolayısıyla 500°C de ısıtma işlemi yapılan TiNi filmler oda sıcaklığında yüzde yüz martenzit faza dönüşmeme ihtimali vardır. Bu yüzden en ideal seçimin 550°C de ısıtma işlemi yapmak olduğu bu sonuçlardan da çıkarılmaktadır. Son olarak 600°C ve 650°C ısıtma işlemlerinin DSC grafikleri incelendiğinde, östenit faz dönüşümünün oldukça yüksek değerlerde, sırasıyla 250°C ve 475°C olduğu görülmektedir. Martenzit faz dönüşüm sıcaklıkları ise yine oda sıcaklığının oldukça üzerinde, sırasıyla 177°C ve 380°C olduğu görülmektedir. Bu iki ısıtma işleminin çalışma için uygun olmadığı bu değerlerden açıkça görülmüştür.

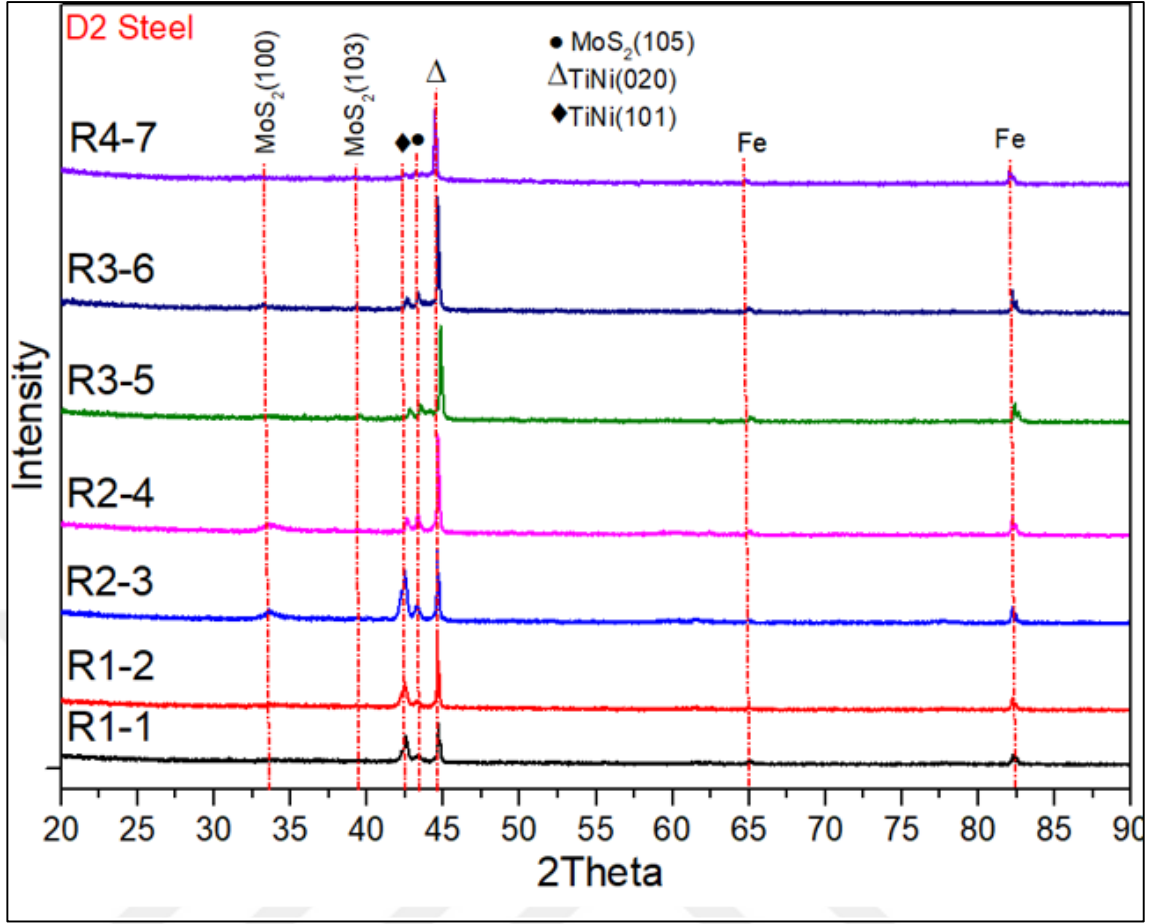
Elde edilen tüm bu sonuçlara göre TiNi filmler için en ideal ısıtma işlem sıcaklığının 550°C olduğu belirlenmiş olup, tüm TiNi numuneler bu sıcaklıkta ısıtma işlemine tabi tutularak kristal yapıların elde edilmesine karar verilmiştir.

TiNi filmlere belirlenen sıcaklıkta ısıtma işlemi yapıldıktan sonra son tabaka olarak katı yağlayıcı MoS_2 filmler bu kaplamaların üzerine büyütülmüştür. MoS_2 filmlerinin kaplama parametreleri Çizelge 3.3'de verilmiştir. Elde edilen TiNi/ MoS_2 kaplamaların XRD analizleri Şekil 4.8 ve Şekil 4.9'da verilmiştir. Ayrıca taban malzemeler üzerine biriktirilen TiNi/ MoS_2 kaplamaların yüzeylerinin EDS analizleri Çizelge 4.2 ve Çizelge 4.3 verilmiştir.



Şekil 4.8. 52100 çeliği numuneler üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların XRD grafikleri

D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların XRD grafikleri Şekil 4.9.'da verilmektedir. XRD grafikleri sonucu elde edilen kristal yapılar şu şekilde değerlendirilmiştir. 52100 ve D2 çeliği numunelerin numaralandırılması şu şekilde yapılmıştır; R: run, ilk kod: MoS₂ kaplama kodu, ikinci kod: TiNi kaplama kodu olarak değerlendirilmiştir.



Şekil 4. 9. D2 çeliği numuneler üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların XRD grafiği

D2 çeliği üzerine büyütülen filmler ele alındığında, MoS₂ filmine ait (100), (103) ve (105) tercihli yönelmelerinin elde edildiği görülmektedir. MoS₂ (100) ve (105) yapılarının R2-3, R2-4, R3-5 ve R3-6 da daha belirgin olduğu, diğer iki kaplamada daha az olduğu görülmektedir. Kaplama parametreleri ile karşılaştırıldığında, MoS₂ hedef akımının 1A ve 1,25A olduğu parametrelerde bu kristal fazların daha belirgin olduğu tespit edilmektedir. 0,75A ve 1,5A hedef akımlarında daha az kristal yapıda MoS₂ filmin elde edildiği görülmektedir. Bu fazlara ilaveten bir alt katmanda bulunan TiNi filmine ait TiNi(101) ve TiNi(020) pikleri de burada elde edilmiştir. Taban malzemedeki Fe olarak grafik üzerinde gösterilmiştir.

52100 çeliği üzerine büyütülen filmlerin XRD grafiği incelendiğinde, D2 çeliği üzerine büyütülen filmle çok benzerlik gösterdiği görülmektedir. Yine MoS₂ filmine ait (100), (103) ve (105) kristal yapılarının mevcut olduğu, bunların yine benzer olarak R1-1 ve R4-7 kaplamalarında daha az belirgin, diğer kaplamalarda daha belirgin olduğu tespit

edilmiştir. Aynı şekilde TiNi filminden gelen yansımalar ve tabandan gelen pikler grafik üzerinde gösterilmiştir.

XRD grafikleri genel anlamda değerlendirildiğinde, tüm kaplamalarda MoS₂ filmine ve TiNi filmine ait kristal yapıların elde edildiği tespit edilmiştir. D2 çeliği üzerine büyütülen kaplamaların 52100 çeliği üzerine büyütülen kaplamalardan nispeten daha fazla kristal yapıya sahip olduğu görülmektedir. Bu bağlamda, büyütülen filmlerin D2 çeliğine daha uyumlu bir yapı sergileyebileceği söylenebilir.

Çizelge 4.2. 52100 çeliği üzerine kaplanan TiNi/MoS₂ filmlerin yüzey EDS analizleri

52100	Fe	Ni	Ti	S	Mo
R1-1	5	19	22	36	18
R1-2	0	11	13	48	28
R2-3	0	0	1	51	28
R2-4	7	15	15	37	20
R3-5	0	19	20	32	29
R3-6	0	8	9	51	32
R4-7	0	0	1	58	41

Çizelge 4.3. D2 çeliği üzerine kaplanan TiNi/MoS₂ filmlerin yüzey EDS analizleri

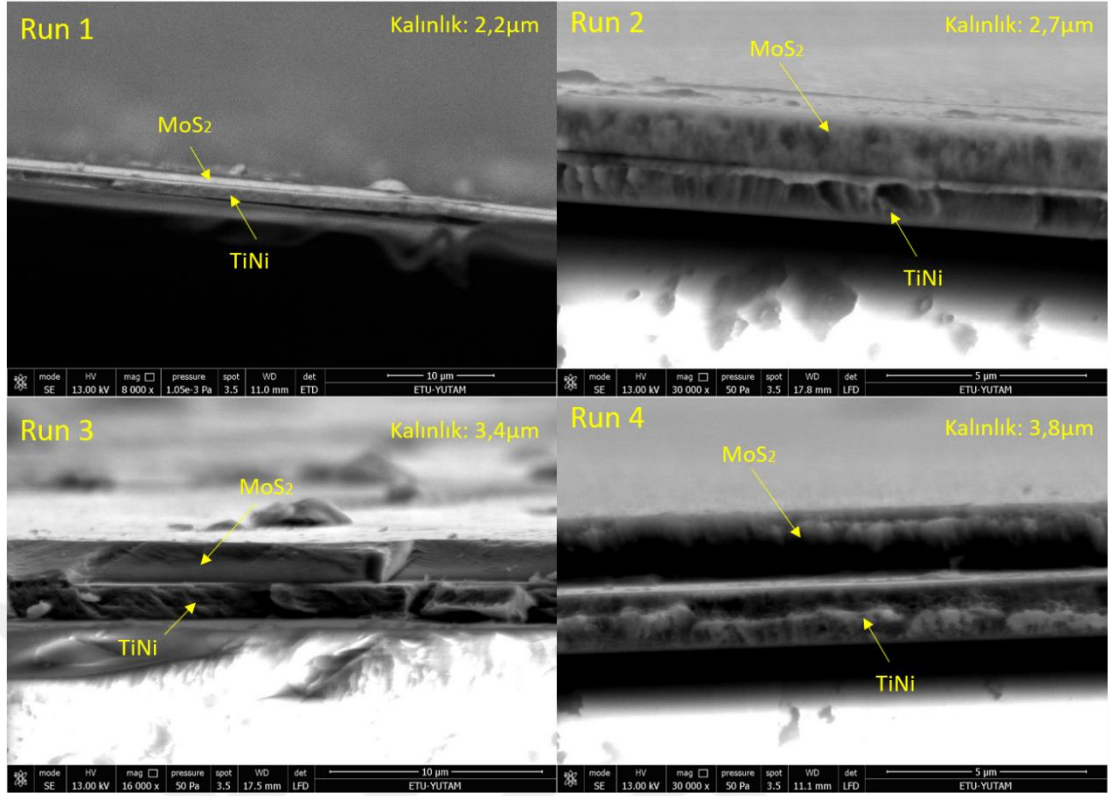
D2	Fe	Ni	Ti	S	Mo
R1-1	0	8	7	57	28
R1-2	0	7	6	56	31
R2-3	0	0	0	64	36
R2-4	0	10	8	56	26
R3-5	0	7	8	54	31
R3-6	0	4	6	57	33
R4-7	0	0	0	54	46

Magnetron sıçratma yöntemiyle büyütülen MoS₂ filmlerin sürtünme katsayısı büyük oranda kimyasal kompozisyona yani sülfür atomlarının molibden atomlarına oranına(N_s/N_{Mo}) bağlı olduğu belirtilmiştir. Taban malzeme geriliminde ki artışla beraber zayıf bağlı sülfür atomları saçılmaya (resputtering) uğradığı buna bağlı olarak filmin

yağlama özelliğini kaybedip sürtünme katsayısının da arttığı yapılan çalışmalarda ifade edilmiştir (Spalvins 1978, 1980).

SEM üzerine bağlı EDS (Energy Dispersion Spectroscopy) sistemi analizleri sonucunda D2 çeliği yüzeyinde bulunan TiNi/MoS₂ kaplamalarında genellikle Molibden ve Sülfür atomlarının oranı yüksek olduğu görülmüştür. R2-3 ve R4-7 kaplama parametrelerinde en yüksek Molibden ve Sülfür atomları tespit edilmiş geri kalan kaplamaların da çok az oranlarda diğer kaplama malzemesi olan Titanyum ve Nikel'e rastlanmış ve ayrıca en düşük N_s/N_{Mo} oranının R2-4 en düşük oran ise R4-7 rastlanmıştır. Bu sonuçlar ışığında D2 çeliği taban malzemeleri üzerine yapılacak olan kaplamaların başarılı olduğu, özellikle R2-3, R3-6 ve R4-7 kodlu kaplama parametreleriyle en iyi yüzey kaplama sonucu alındığı görülmüştür.

EDS analizleri sonucunda 52100 çeliği yüzeyinde bulunan TiNi/MoS₂ kaplamaların genelde Molibden ve Sülfür atomlarının oranı yüksek olduğu bunun yanında ilk kaplama malzemesi olan Titanyum ve Nikel'e az da olsa mevcut olduğu tespit edilmiştir. R2-3 ve R4-7 kaplama parametrelerinde en yüksek Molibden ve Sülfür atomlarına sahip olduğu görülmüş en düşük oran ise R1-1 kaplama parametresinde olduğu belirlenmiştir. Ayrıca en yüksek N_s/N_{Mo} oranına R1-1 de rastlanmış en düşük oran ise R3-5'de belirlenmiştir. Bu sonuçlar ışığında 52100 çeliği üzerine yapılmış olan kaplamaların en yüksek Molibden ve sülfür oranına sahip olduğu R2-3, R3-6 ve R4-7 kodlu kaplamaların parametreleriyle en iyi yüzey kaplama sonucu alındığı görülmüştür. D2 ve 52100 çeliğinin EDS analizleri karşılaştırıldığında D2 çeliğinin 52100 çeliğine göre Molibden ve Sülfür oranının genelde daha fazla olduğu görülmüştür.



Şekil 4. 10. Dört farklı parametrede büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların kesit görüntüleri

Sürtünme olayında film kalınlığının etkisi üzerindeki ilk çalışmayı Bowden ve Tabor (1943) yılında gerçekleştirmişlerdir. Çelik tabanlı malzemeler üzerine farklı kalınlıkta İndiyum kaplamalar büyütmüşler ve kaymalı sürtünme deneyleri sonucunda film kalınlığının artmasıyla başlangıçta sürtünme katsayısının minimum değere kadar düştüğünü daha sonra artış gösterdiğini belirtmişlerdir. Bu durumu ise sürtünme boyunca azalan film kalınlığının yüzeyi tamamen kaplayamaması sonucu oluştuğunu belirtmişlerdir.

Dört farklı parametrede TiNi filmlerin üzerine MoS₂ filmler kaplanarak fonksiyonel kaplamalar elde edilmiştir. Elde edilen bu kaplamalara ait kesit SEM görüntüleri Şekil 4.10'da verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde, iki tabakanın birbirini üzerine başarılı bir şekilde büyütüldüğü görülmektedir. Kaplama kalınlıkları değerlendirildiğinde, Run1'den Run4'e doğru gidildikçe kalınlık değerinin arttığı gözlemlenmiştir. Elde edilen en düşük kalınlık değeri 2,2 µm iken en yüksek kalınlık değeri 3,8 µm olarak tespit edilmiştir. MoS₂ hedef akımının 0,75 A den 1,5 A değerine kademeli olarak artırılması kalınlık değerinde de artışa neden olduğu açıkça

görülmektedir. MoS₂ filmlerin içyapıları incelendiğinde, en yoğun filmin Run 3’de elde edildiği, diğer filmlerin ise biraz daha gözenekli bir yapıda olduğu görülmektedir. Yoğun filmlerin genelde mekanik ve tribolojik özelliklerinin daha iyi olması beklenmektedir. Genel anlamda değerlendirme yapıldığında, elde edilen tüm kaplamaların başarılı bir şekilde büyütüldüğü ve kalınlık değerlerinin tribolojik uygulamalar için istenilen seviyelerde olduğu tespit edilmiştir.

4.2. Mekanik Özellikler

Büyütülen amorf yapıdaki TiNi filmlerin mikro sertlik değerleri Çizelge 4.2’de verilmiştir. D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi filmlerin sertliğinin 52100 çeliğine göre nispeten yüksek olduğu görülmektedir. En yüksek sertlik değeri 567 HV olarak Run3 filmlerinden D2 çeliği üzerine büyütülen filmlerde elde edilmiştir. En düşük sertlik değeri ise Run1 filmlerinden D2 alaşımı üzerine büyütülen filmlerde elde edilmiştir. Filmlerin sertlik değerleri ile kaplama parametreleri değerlendirildiğinde, doğrudan bir bağ görülememektedir. Ancak kimyasal kompozisyon ile sertlik arasında bir bağın D2 çeliğinde olduğu söylenebilir. Atomsal oran olarak birbirine en yakın R3 ve R5 filmi D2 çeliğinde en sert iki kaplama olarak tespit edilmiştir. Aynı durum 52100 çeliği içinde nispeten geçerli olduğu söylenebilir.

Çizelge 4.4. Büyütülen TiNi filmlerin (amorf) mikro sertlik değerleri

SERTLİK, HV (Vickers)	D2 ÇELİĞİ	52100 ÇELİĞİ
R1	305	385
R2	391	442
R3	567	519
R4	487	435
R5	551	481
R6	417	433
R7	535	518

Kaplanan yüzeylerin tribolojik davranışını etkileyen en önemli parametreden biri film sertliği ve taban malzeme sertliği arasındaki ilişkidir. Yumuşak filmler kullanmanın

avantajını, Bowden ve Tabor (1950) açıkladığı gibi sürtünmeyi azaltmaktadır. Ayrıca yumuşak filmler istenmeyen yüzey altı çatlak oluşumun ve bunun sonucunda oluşan yüksek aşınmalara neden olan yüzey çeki gerilmelerini de azaltmaktadır. Yumuşak taban malzeme üzerine büyütülen sert filmler sürtünme ve aşınmayı düşürebilmektedir. Fakat yumuşak taban malzeme üzerine büyütülen ince sert kaplamalar taban malzeme deformasyonu ve oluşan gerilmeler sonucu sert kaplamanın çok çabuk kırılmasına sebep olmaktadır (Holmberg et al. 2000).

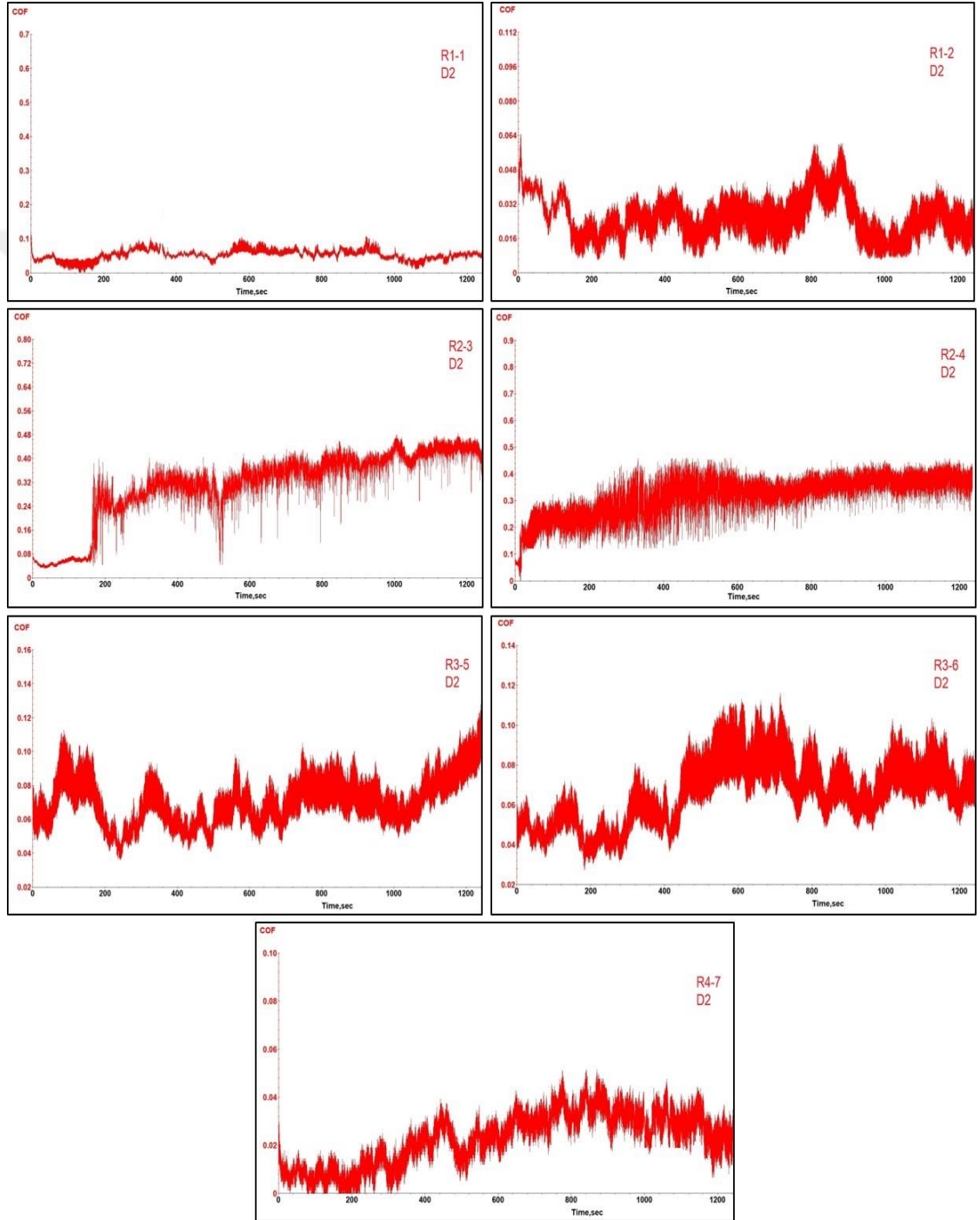
TiNi/MoS₂ kaplamaların mikro sertlik değerleri Çizelge 4.3’de verilmektedir. TiNi filmlerin sertlikleriyle karşılaştırıldığında, değerlerde bir miktar düşüş olduğu görülmektedir. Bunun nedeni MoS₂ filmin nispeten daha yumuşak bir film olmasıdır. En yüksek sertlik değerinin 436 HV olarak R4-7 kaplamasıyla D2 çeliğinde edilirken, en düşük sertlik değeri ise R3-6 kaplamasıyla 52100 taban malzeme üzerinde elde edilmiştir. Taban malzeme bazında değerlendirme yapılırsa, D2 çeliği üzerine büyütülen kaplamaların en sert değerinde olduğu, daha sonra 52100 çeliği geldiği görülmüştür. Kaplama parametrelerine göre değerlendirme yapılırsa, Run1 ve Run4 parametrelerinde diğerlerine oranla bir miktar daha sert kaplamaların elde edildiği görülmektedir. MoS₂ hedef akımının en düşük olduğu (0,75A) ve en yüksek olduğu (1,5A) değerlerinde daha sert filmler elde edilmiştir. Bu filmlerin içyapıları değerlendirildiğinde biraz daha gözenekli bir yapı sergilediği görülmektedir. Gözenekli ve kolonsal yapılar ise daha gevrek karakterde olmakta ve burada da olduğu gibi daha yüksek sertlik değerlerine sahip olabilmektedir.

Çizelge 4.5.TiNi/MoS₂ kaplamaların mikro sertlik değerleri

SERTLİK, HV (Vickers)	D2 ÇELİĞİ	52100 ÇELİĞİ
R1-1	408	349
R1-2	425	321
R2-3	358	358
R2-4	371	314
R3-5	395	332
R3-6	398	300
R4-7	436	412

4.3. Tribolojik Özellikler

TiNi/MoS₂ kaplamalara 5N sabit yükte atmosferik şartlarda pin-on-disk aşınma testleri yapılmış ve D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların sürtünme katsayıları (CoF) grafiği Şekil 4.11’de verilmektedir.



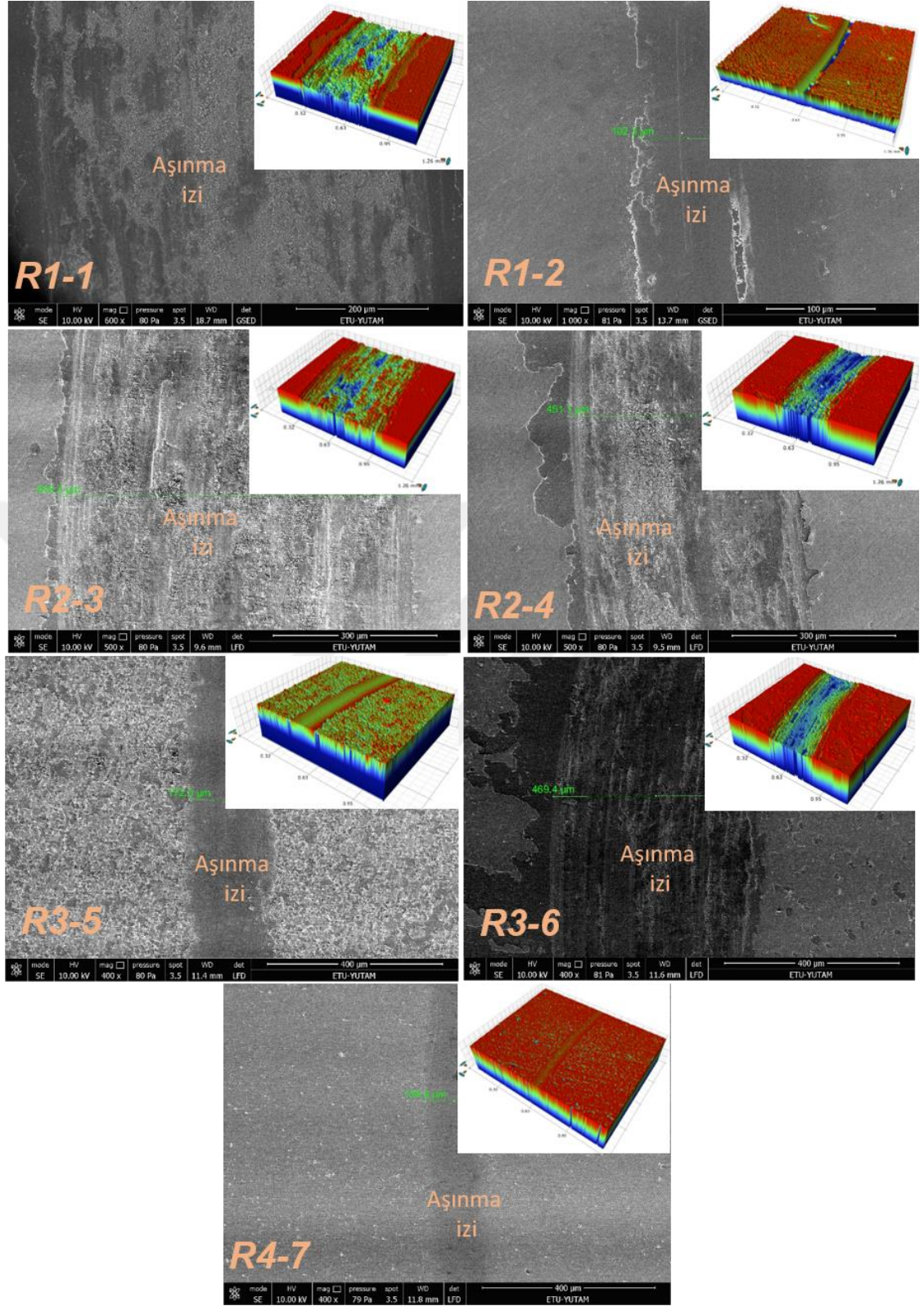
Şekil 4.11. D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların atmosferik şartlardaki sürtünme katsayısı (CoF) grafikleri

D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların sürtünme katsayıları genel anlamda değerlendirildiğinde çalışma kapsamında hedeflenen çok düşük sürtünme katsayılarına (<0.1) ulaşıldığı açıkça görülmektedir. R2-3 ve R2-4 kaplamaları hariç sürtünme katsayısı değerleri 0.1'in altında seyrettiği görülmektedir. Burada, MoS₂ kaplamaların başarılı bir şekilde görevini yerine getirdiği ve alt tabaka olan TiNi ise bu katı yağlayıcı tabakayı iyi bir şekilde destekleyerek düşük sürtünme katsayısının test boyunca devam etmesini sağlamıştır. R2-3 ve R2-4 kaplamalarının sertlik değerlerinin diğerlerine göre daha düşük olduğu, buna bağlı olarak da sürtünme katsayılarının biraz daha yüksek olduğu (0.2-0.4 aralığında) tespit edilmiştir. R1-1 kodlu numunenin sertlik değeri yüksek olması sebebiyle taban malzemeyle yeterli adezyon oluşturamamış ve yoğun abrazif tanecikler oluşturarak filmlerin kısa sürede kırılmasına neden olmuştur. Ayrıca R1-1 kodlu numunenin aşınma oranı yüksek olmasına rağmen ortalama sürtünme katsayısının en düşük değerlerden biri olmasının sebebi aşınma izi EDS analizinde Çizelge 4.6 görülen yüzey analizinde MoO_x oluşumu sürtünme katsayısının düşüşüne ve daha kararlı olmasına sebep olmuştur.

D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların aşınma izlerinin SEM ve 3D profilometre görüntüleri Şekil 4.12'de verilmektedir. R2-3, R2-4, R3-6 ve R1-1 SEM aşınma iz görüntüleri incelendiğinde genel olarak aşınma izi merkezinde ve kenarlara doğru yayılan aşınma debrileri gözlemlenmiş ve bu filmlerde genelde gevrek kırılma şeklinde taban malzemedan plak ve büyük tanecikler şeklinde ayrılan abrazif bir aşınma karakteri belirlenmiştir. Belirtilen kodlu (R2-3, R2-4, R3-6 ve R1-1) kaplamaların aşınma izlerinde geniş aşınma izleri ve genelde aşınma merkezinde aşınma debrilerinin gömüldüğü belirlenmiştir.

R1-2, R3-5 ve R4-7 TiNi/MoS₂ kaplamaların SEM aşınma izi görüntüleri incelendiğinde, kaplamaların düzgün aşınma izleri ve oldukça az özellikle aşınma debrileri belirlenmiş ve bu düzgün aşınma sonucu aşınma izi kenarlarına çok az miktarda ince aşınma tanecikleri olduğu belirlenmiştir. Ayrıca aşınma izi genişliği ve derinliği de düşük miktarlarda kaldığı SEM görüntülerinden tespit edilmiştir. Bu üç kaplamanın (R1-2, R3-5 ve R4-7) zaten en düşük sürtünme katsayılarına (0.02-0.04 aralığında) sahip olduğu bilinmektedir. Bu kaplamalarda aşınma olayının MoS₂ tabakası içerisinde kaldığı açıkça görülmektedir.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA



Şekil 4.12. D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların atmosferik şartlardaki aşınma izlerinin SEM ve 3D profilometre görüntüleri

D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların atmosferik şartlarda aşınma izleri EDS analizleri Çizelge 4.6 'da verilmiştir.

Çizelge 4.6. D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların atmosferik şartlarda aşınma izlerinin EDS analizleri

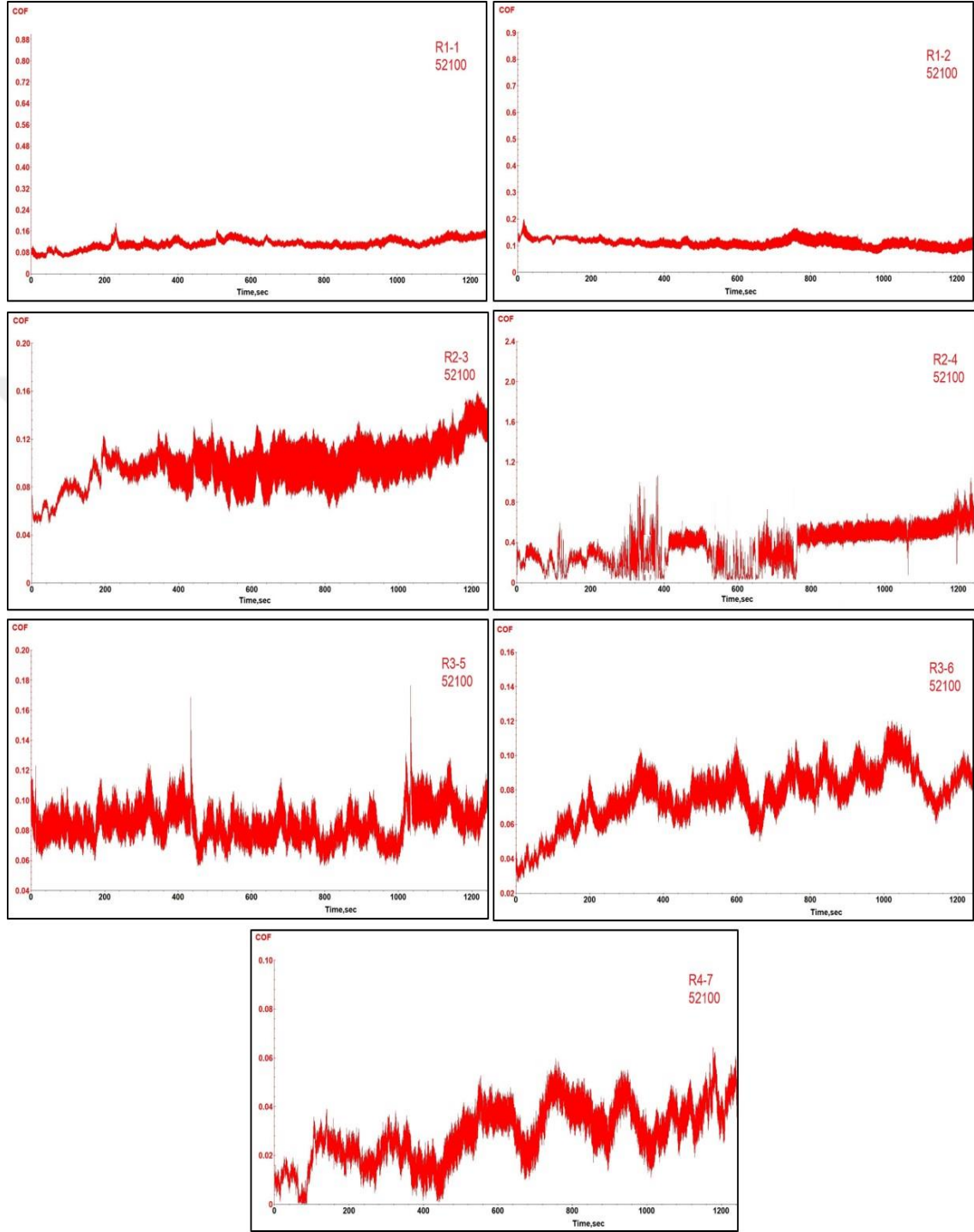
D2	Fe	Ni	Ti	S	Mo	O
R1-1	14	3	0	1	8	74
R1-2	0	0	0	66	34	0
R2-3	13	4	9	4	5	65
R2-4	15	1	5	6	6	67
R3-5	0	0	0	60	40	0
R3-6	23	3	6	3	8	57
R4-7	0	0	0	48	32	20

D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların atmosferik şartlarda aşınma izleri EDS analizleri R2-3, R2-4, R3-6 ve R1-1 kodlu filmlerin aşınma izlerinde Fe piki elde edilmiş buda TiNi/MoS₂ kaplamasının aşınma izi boyunca numune yüzeyinden kaldırıldığına kanıtı olmuştur. Ayrıca yüzeyde düşük miktarlarda kaplama atomları belirlenmiştir. Yüksek miktarda Oksijen oranı olduğu belirlenmiştir. Yüksek miktarda oksijen bazı numunelerde (R1-1 ve R3-6) MoO_x oluşumu sebebiyle düşük sürtünme katsayısı oluşturduğu görülmüştür.

D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların R1-2, R3-5 kodlu filmlerinde ise sadece Molibden ve Sülfür pikleri alınmış ve N_s/N_{Mo} oranı yaklaşık olarak 2 olduğu gözlemlenmiştir. Bu EDS analizi sonucunda aşınma izlerinin D2 çeliği üzerine büyütülen R1-2, R3-5 ve R4-7 kodlu MoS₂ filmleri çok derin seviyede aşındıramadığı ve aşınma izinin TiNi filmine inemediği belirlenmiştir. Bunun sonucunda MoS₂ filminin katı yağlayıcı özelliğini çok iyi derecede gösterdiği ve yüzeyler arasında çok iyi transfer filmi oluşturduğu gözlemlenmiştir. Bu nedenle numunelerin en düşük ikinci, üçüncü sürtünme katsayılarına sahip numunelerinden en düşük sürtünme oranları elde edildiği görülmüştür. R4-7 kodlu kaplamada ise en düşük ve kararlı sürtünme katsayısı elde edilmiştir. Bunu sebebi olarak EDS analizi sonucu Molibden ve Sülfür atomlarının yanında Oksijen atomu bulunması ve oranının yüksek olması MoO_x oluşumu etkilemiş ve yüzeyler arasında transfer filmi oluşmasını sağlamıştır. Bununla beraber en iyi sürtünme katsayısının yanında en düşük aşınma oranlarından biri olduğu gözlemlenmiştir (Çizelge 4.8). MoO₃ gibi oksitlerin sınır filmi oluşturarak, bu ince filmlerin kaplamanın dayanımında fayda sağlayacağı ileri süren Xu ve arkadaşlarının (1999) ifadeleri ile desteklenmiştir.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların sürtünme katsayıları (CoF) grafiği Şekil 4.13’da verilmektedir.



Şekil 4. 13. 52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların atmosferik şartlardaki sürtünme (CoF) grafikleri

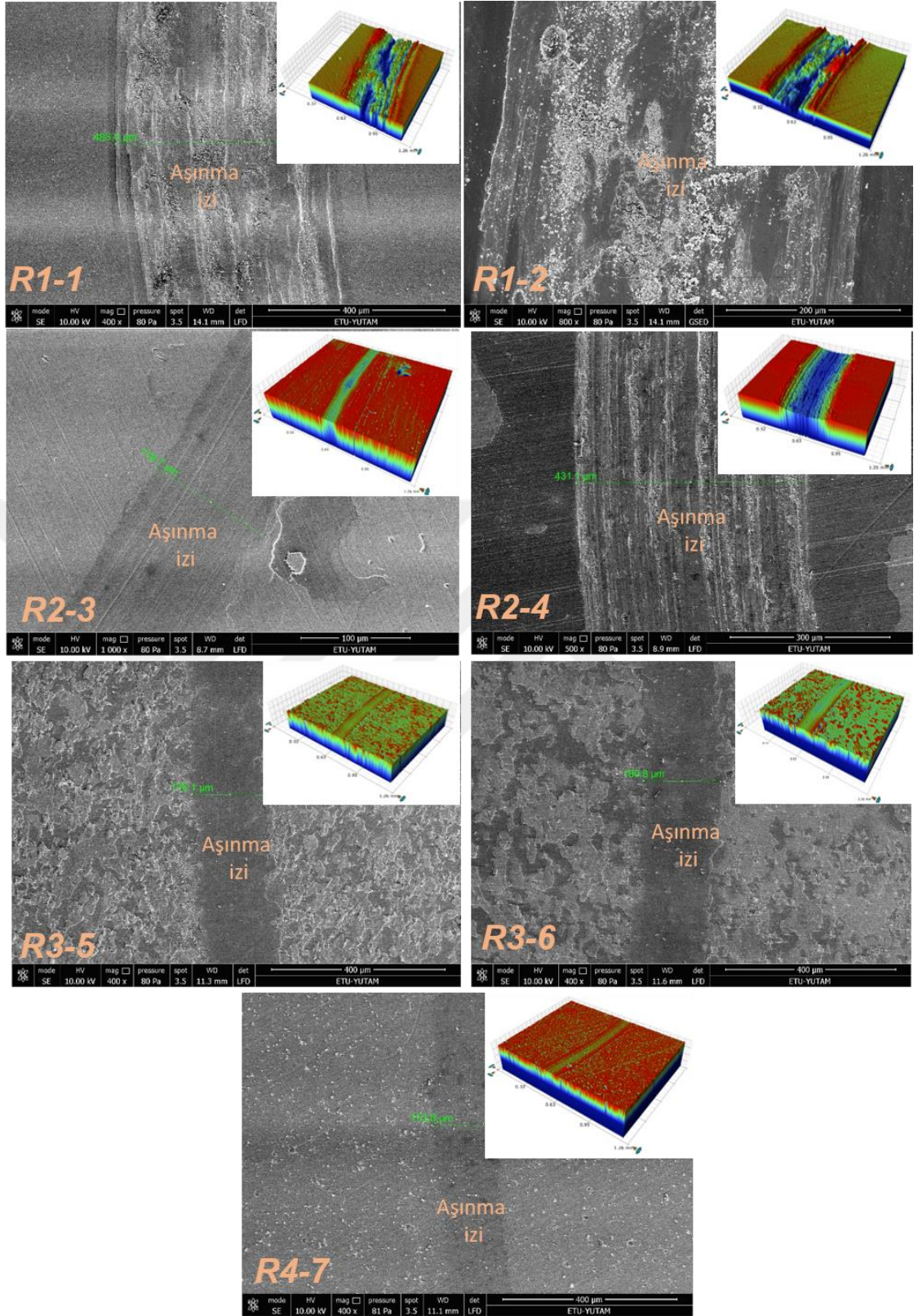
52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların sürtünme katsayıları genel anlamda değerlendirildiğinde çalışma kapsamında hedeflenen çok düşük sürtünme

katsayılarına (≤ 0.1) ulaşıldığı açıkça görülmektedir. R1-2 ve R2-4 kaplamaları hariç sürtünme katsayısı değerleri 0.1 ve altında seyrettiği görülmektedir. Burada, MoS₂ kaplamaların başarılı bir şekilde görevini yerine getirdiği ve alt tabaka olan TiNi ise bu katı yağlayıcı tabakayı iyi bir şekilde destekleyerek düşük sürtünme katsayısının test boyunca devam etmesini sağlamıştır. R1-2 ve R2-4 kaplamalarının sertlik değerlerinin diğerlerine göre daha düşük olduğu, buna bağlı olarak da sürtünme katsayılarının biraz daha yüksek olduğu (0.15-0.4 aralığında) tespit edilmiştir

52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların aşınma izlerinin SEM ve 3D profilometre görüntüleri Şekil 4.14'de verilmektedir. R1-1, R1-2, R2-4 SEM aşınma iz görüntüleri incelendiğinde genel olarak aşınma izi merkezinde ve kenarlara doğru yayılan aşınma debrileri gözlemlenmiş ve bu filmlerde genelde gevrek kırılma şeklinde taban malzemeden plak ve büyük tanecikler şeklinde ayrılan abrazif bir aşınma karakteri belirlenmiştir. Belirtilen kodlu (R1-1, R1-2 ve R2-4) kaplamaların aşınma izlerinde geniş aşınma izleri ve genelde aşınma merkezinde aşınma debrilerinin gömüldüğü belirlenmiştir.

R2-3, R3-5, R3-6 ve R4-7 TiNi/MoS₂ kaplamaların SEM aşınma izi görüntüleri incelenmiş kaplamaların düzgün aşınma izleri ve oldukça az aşınma debrileri belirlenmiş ve bu düzgün aşınma sonucu aşınma izi kenarlarında çok az miktarda ince aşınma tanecikleri olduğu belirlenmiştir. Ayrıca aşınma izi genişliği ve derinliği de düşük miktarlarda kaldığı SEM görüntüleri yardımıyla tespit edilmiştir. Bu dört kaplamaların (R2-3, R3-5, R3-6 ve R4-7) zaten en düşük sürtünme katsayıları (0.02-0.1 aralığında) sahip olduğu tespit edilmiştir. Bu kaplamalarda aşınma olayının MoS₂ tabakası içerisinde kaldığı açıkça görülmektedir.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA



Şekil 4. 14.52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların atmosferik şartlardaki aşınma izlerinin SEM ve 3D profilometre görüntüleri

52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların atmosferik şartlarda aşınma izleri EDS analizleri Çizelge 4.7 'da verilmiştir.

Çizelge 4.7. 52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların atmosferik şartlardaki aşınma izlerinin EDS analizleri.

52100	Fe	Ni	Ti	S	Mo	O
R1-1	28	12	19	6	0	35
R1-2	28	9	13	1	3	46
R2-3	0	0	0	65	35	0
R2-4	36	8	12	2	4	38
R3-5	0	0	0	61	39	0
R3-6	0	0	0	58	42	0
R4-7	0	0	0	54	46	0

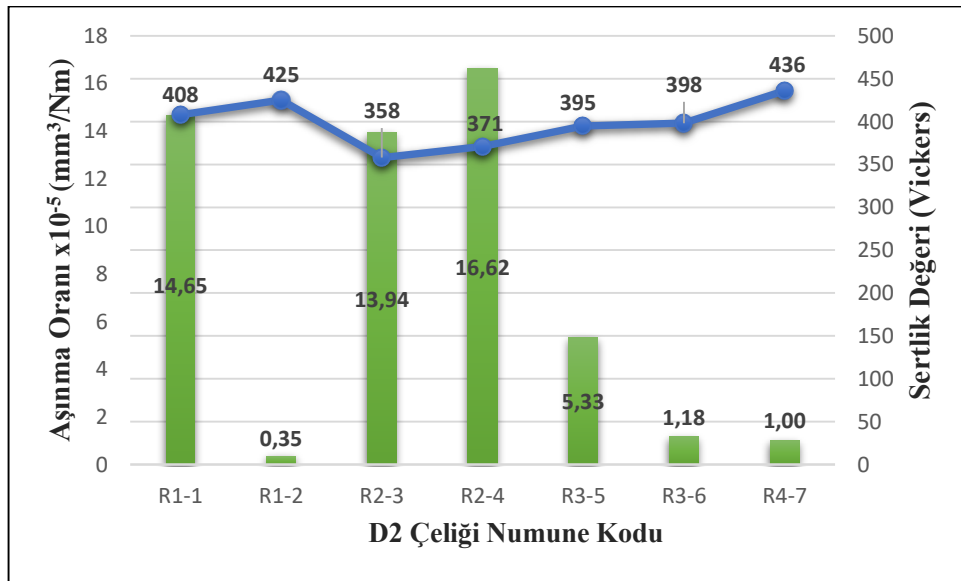
52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların atmosferik şartlarda aşınma izleri EDS analizleri R1-1, R1-2 ve R2-4 kodlu kaplamaların aşınma izlerinde Fe piki elde edilmiş, buda TiNi/MoS₂ kaplamasının aşınma izi boyunca numune yüzeyinden kaldırıldığına kanıtı olmuştur. Ayrıca yüzeyde düşük miktarlarda kaplama atomları belirlenmiştir. Yüksek miktarda Oksijen oranı olduğu belirlenmiştir. Ayrıca buna ilaveten birinci kaplama malzemesi olan Titanyum ve Nikel bulunduğu gözlemlenmiştir. Aşınma izinde bulunan Titanyum ve Nikel oranı fazlalığı ise aşınma izinde aşınma debrileri olarak Ti-Ni bulunduğu ve Ti-Ni aşınma debrilerinin 52100 çeliğinde D2 çeliğinden daha fazla miktarda olduğu EDS analizi sonucunda gözlemlenmiştir.

52100 çeliği üzerine büyütülen R2-3, R3-5, R3-6 ve R4-7 kodlu TiNi/MoS₂ kaplamaların ise sadece Molibden ve Sülfür pikleri belirlenmiştir. En düşük iki sürtünme katsayısına sahip olan R4-7 ve R3-6 kodlu filmlerin N_s/N_{Mo} oranı yaklaşık 1,17 ve 1,38 değerinde olduğu tespit edilmiştir. Literatür taramasında düşük sürtünme katsayısı elde edebilmek için MoS₂'nin stokiyometrisinin önemli olduğu vurgulanmıştır (Stupp 1981). Stupp çalışmasında, R4-7 ve R3-6 kodlu numunelerinde büyütülmüş filmlerin en düşük iki sürtünme katsayısını elde edildiğini desteklemektedir. Bu EDS analizi sonucunda aşınma izlerinin 52100 çeliği üzerine büyütülen R2-3, R3-5, R3-6 ve R4-7 kodlu MoS₂ filmleri geniş ve derin bir şekilde aşındıramadığı ve aşınma izinin TiNi filmine inemediği belirlenmiştir. Bunun sonucunda MoS₂ filminin katı yağlayıcı özelliğini çok iyi derecede gösterdiği ve yüzeyler arasında çok iyi transfer filmi oluşturduğu gözlemlenmiştir. R4-7 kodlu filmde ise en düşük sürtünme katsayısı elde edilmiştir. Sertlikler karşılaştırıldığında ise yine R4-7 kodlu filmin sertliğinin en yüksek sertlik değerine sahip olduğu görülmüştür.

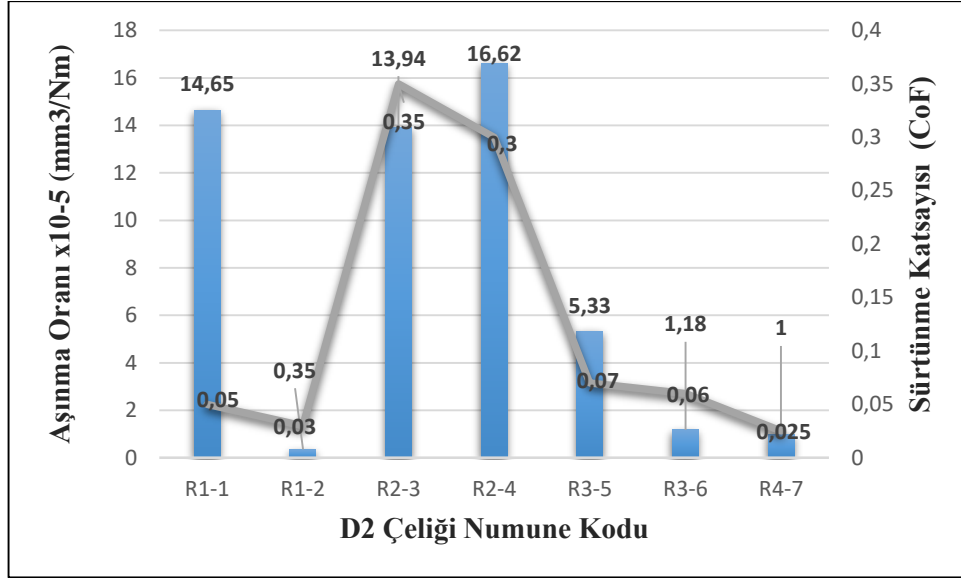
Çizelge 4. 8. TiNi/MoS₂ kaplamaların atmosferik ortamda hesaplanan aşınma oranları

Aşınma oranı (mm ³ /Nm)	D2 ÇELİĞİ	52100 ÇELİĞİ
R1-1	14,65 x10 ⁻⁵	10,58x10 ⁻⁵
R1-2	0,35 x10 ⁻⁵	13,91 x10 ⁻⁵
R2-3	13,94 x10 ⁻⁵	0,48 x10 ⁻⁵
R2-4	16,62 x10 ⁻⁵	21,19 x10 ⁻⁵
R3-5	5,33 x10 ⁻⁵	4,0 x10 ⁻⁵
R3-6	1,18 x10 ⁻⁵	6,1 x10 ⁻⁵
R4-7	1,0 x10 ⁻⁵	5, 2 x10 ⁻⁵

D2 çeliği ve 52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ filmlerin aşınma oranı sertlik değerinin karşılaştırmalı grafiği Şekil 4.15’de ve Şekil 4.17 ‘de verilmiştir. Ayrıca D2 çeliği ve 52100 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ filmlerin aşınma oranı ve sürtünme katsayısı karşılaştırmalı grafiği Şekil 4.16’da ve Şekil 4.18’de verilmiştir.



Şekil 4.15. D2 çeliğine büyütülen kaplamaların aşınma oranı-sertlik değeri grafiği



Şekil 4.16. D2 çeliğine büyütülen kaplamaların ortalama sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değeri grafiği

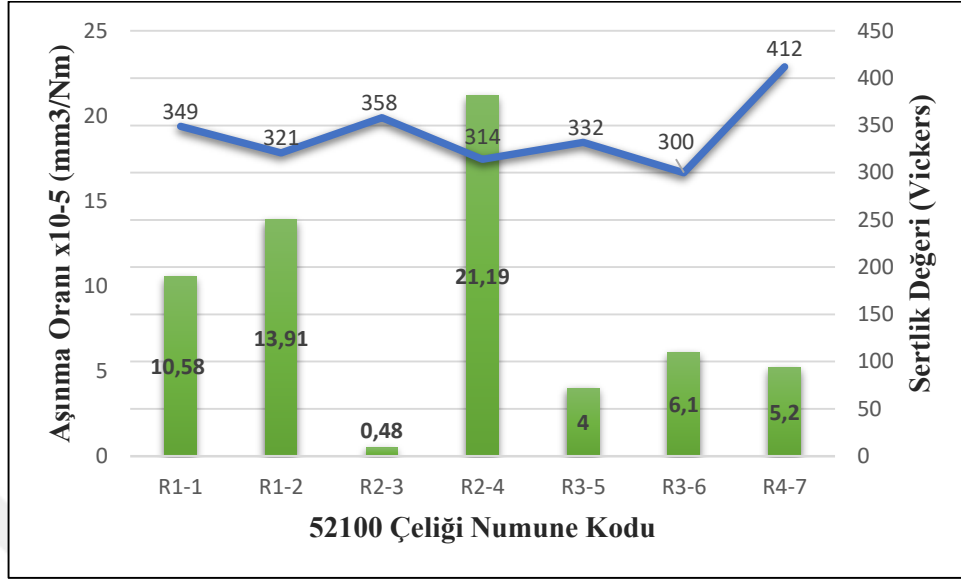
D2 çeliği üzerine kaplanmış TiNi/MoS₂ kaplamaların aşınma oranları sertlik ile karşılaştırıldığında en sert olan R1-2 ve R4-7 kodlu büyütülen filmlerin aşınma oranı en az olduğu görülmüştür. En düşük sertlik değerine sahip R2-3 ve R2-4 kodlu filmlerin en yüksek aşınma oranına sahip olduğu görülmüştür.

D2 çeliği üzerine kaplanmış TiNi/MoS₂ kaplamaların aşınma oranının ortalama sürtünme katsayısı ile karşılaştırıldığında en düşük ortalama sürtünme katsayısına sahip R1-2 ve R4-7 kodlu büyütülen filmlerin aşınma oranı en düşük iki kaplama olduğu görülmektedir. En yüksek ortalama sürtünme katsayısına sahip R2-3 ve R2-4 kodlu filmlerin en yüksek aşınma oranına sahip olduğu görülmüştür.

R1-1 kodlu kaplamanın ortalama sürtünme katsayısı düşük olmasına rağmen aşınma oranı yüksektir. Aşınma oranı, sertlik değeri ve ortalama sürtünme katsayısı ilişkilendirildiğinde bu durumun sonucu şu şekilde açıklanabilir. R1 parametresiyle üretilen MoS₂ en düşük kaplama kalınlığına sahip olması ve TiNi kaplamasının da düşük kalınlıkta olması ek olarak R1-1 kodlu numunenin sertlik değeri yüksek olması sebebiyle taban malzemeye yeterli adezyon oluşturamamış ve yoğun abrazyon tanecikleri oluşturarak filmlerin kısa sürede kırılmasına neden olmuştur. Ayrıca R1-1 kodlu numunenin aşınma oranı yüksek olmasına rağmen ortalama sürtünme katsayısının en düşük değerlerden biri

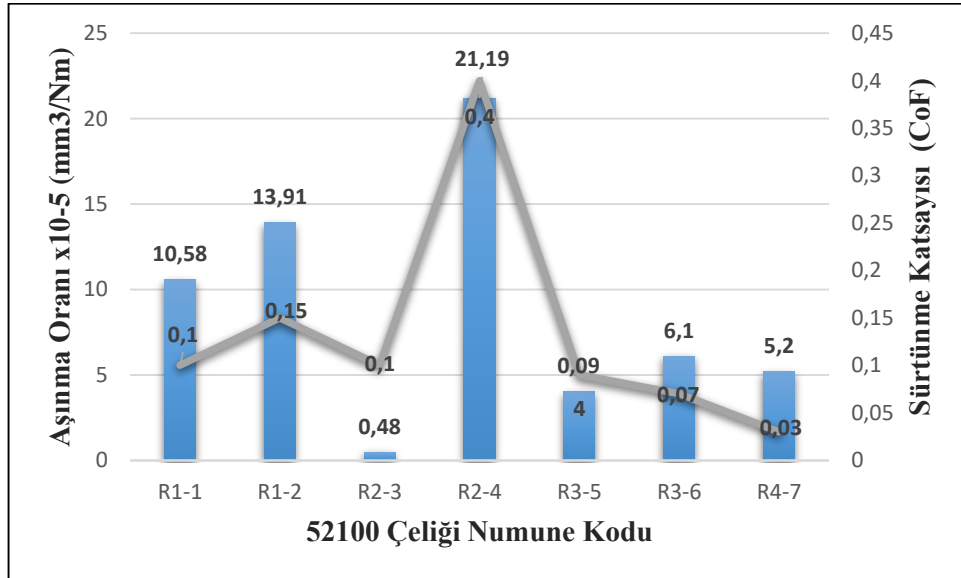
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

olmasının sebebi ise MoO_x oluşumuna, sürtünme katsayısının düşüşüne ve daha kararlı olmasına sebep olduğu söylenebilir.



Şekil 4.17. 52100 çeliğine büyütülen kaplamaların aşınma oranı-sertlik değeri grafiği

52100 çeliği üzerine kaplanmış TiNi/MoS₂ kaplamaların aşınma oranı sertlik ile karşılaştırıldığında en sert olan R2-3 ve R4-7 kodlu büyütülen kaplamaların aşınma oranı en az olan filmlerden olduğu görülmüştür. En düşük sertlik değerine sahip R2-4 kodlu filmlerin en yüksek aşınma oranına sahip olan kaplama olduğu görülmüştür. R2-3 kodlu filmin sertlik oranı yüksek ve aşınma oranı da en düşük kaplama olmuştur.



Şekil 4.18. 52100 çeliğine büyütülen kaplamaların ortalama sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değeri grafiği

52100 çeliği üzerine kaplanmış TiNi/MoS₂ filmlerin aşınma oranı ortalama sürtünme katsayısı ile karşılaştırıldığında en düşük ortalama sürtünme katsayısına sahip R3-6 ve R4-7 kodlu büyütülen filmlerin aşınma oranı en düşük olan kaplamalardan olduğu görülmektedir. En yüksek ortalama sürtünme katsayısına sahip R1-2 ve R2-4 kodlu filmlerin en yüksek aşınma oranına sahip olduğu görülmüştür. R4-7 kodlu filmde ortalama sürtünme katsayısının en düşük kaplama olduğu görülmüştür. Aşınma oranı, sertlik ve ortalama sürtünme katsayısı karşılaştırıldığında en yüksek sertliğe sahip R4-7 kodlu kaplamanın en düşük ortalama sürtünme katsayısına sahip olduğu görülmüştür. Ancak R4-7 en iyi üçüncü aşınma oranına sahiptir. Bunun sebebi ise Holmberg ve arkadaşları şu şekilde açıklamıştır. Sert filmler kazımaya ve sürtünmeye karşı dayanıklı olduğu için aşınma oranını ve sürtünme katsayısını (μ) düşürebilmektedir. Bu kaplamalar çeki kuvvetlerini engelleyen, bası gerilmeleri sergilemektedir. Ancak ince sert kaplamalar, taban malzeme deformasyonu ile oluşan gerilmeler sonucu sert kaplamanın çok çabuk kırılmasına neden olmaktadır (Holmberg et al. 2000). Yani sert filmin erken kırılması yüzünden aşınma oranı da artış görülmüştür. Ayrıca Dimigen ve arkadaşları (1985), N_s/N_{M_0} oranının sürtünme katsayısı üzerine çok etkili olduğunu belirtmişler ve $N_s/N_{M_0} > 1$ olması durumunda sürtünme katsayısında düşüş gözlemlemişlerdir. Elde edilen sonuçlar, Dimigen ve arkadaşlarının belirttikleri ile uyum sağlamıştır.

D2 çeliği ve 52100 çeliği aşınma oranı, sertliği ve ortalama sürtünme katsayısı karşılaştırıldığında en düşük aşınma oranları D2 çeliğinde R1-2 kodlu filmde görülürken 52100 çeliğinde en düşük aşınma oranı R2-3 kodlu filmde görülmüştür. Sertlik ve sürtünme katsayısı ise her iki çelik türünde (52100, D2) aynı R4-7 kodlu filmlerde en iyi değerler görülmüştür. R4-7 kodlu D2 ve 52100 çeliğiyle büyütülen filmlerin ortalama sürtünme katsayısı sırasıyla 0,025 ve 0,03 olarak belirlenmiştir. Her iki çeliğin toplam aşınma oranları ele alındığında D2 çeliği 52100 çeliğine göre toplamda yaklaşık %11 oranında daha az aşındığı görülmüştür. D2 çeliği üzerine biriktirilen tribolojik açıdan 52100 çeliğine göre daha iyi sonuç verdiği görülmüştür.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada MoS₂ katı yağlayıcı kaplamalar, şekil hafıza özelliğine sahip TiNi filmler ile desteklenerek literatürde ilk defa yeni bir tür olarak fonksiyonel tabakalı katı yağlayıcı kaplamaların üretilmesi ve üretilen filmlerin mekanik ve tribolojik özelliklerinin araştırılması amaçlanmıştır. Kaplama yöntemi olarak kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi (CFUBMS) kullanılarak söz konusu fonksiyonel kaplamalar 52100 yatak çeliği ve D2 takım çeliği üzerinde büyütülmüştür. Atmosfer şartlarında gerçekleştirilen deneyler sonucunda parametrelerin optimum seviyeleri irdelendiğinde; D2 ve 52100 taban malzemeleri için TiNi hedef akımı en azından 5 A olması Ti hedef akımının da 1,5 A olması çalışma basıncı 0,27 taban malzeme geriliminin de 200 V olması durumunda birbirine en yakın atomik yüzdeleri TiNi filmlerin büyütüleceği tespit edilmiştir. Ancak eş atomik olması durumunda TiNi şekil hafıza özelliğini gösterebilmektedir. MoS₂ filmlerde ise hedef akımının 1,5 A olması gerektiği dikkat çekmektedir. Filmlerin yağlama özellikleri için N_s/N_{M0} oranı etkisi sonuçlarla doğrulanmıştır. Argon gaz akışı ve taban malzeme voltajı açısından ise tüm parametrelere bağlı olarak farklı derecelerde önem arz ettiği belirlenmiştir. Genel olarak Taguchi analizi sayesinde parametrelerin birbiri üzerinde bileşik bir etkiye sahip olduğu ve her iki taban malzeme türüne kaplanan TiNi/MoS₂ filmlerin nispeten farklı kaplama parametreleri belirlenmiştir.

Magnetron sıçratma yöntemiyle 52100 ve D2 çeliği üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamalardan elde edilen sonuçları aşağıda maddeler halinde özetlenmiştir.

- 52100 çeliği ve D2 çeliği taban malzeme üzerinde yapılan parlatma işlemi sonucunda ortalama R_a=0,8 µm'lik pürüzlülük değeri belirlenmiştir.
- Kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma sistemi iki farklı taban malzemesi üzerine TiNi/MoS₂ filmlerin büyütülmesi için kullanılmıştır. CFUBMS kaplama işlemi Taguchi deney tasarımına göre deney planı belirlenmiştir. İlk kaplama çeşidi olan TiNi filmleri üretmek için bir adet saf Titanyum hedef ve bir adet TiNi hedef kullanılmıştır.
- TiNi film işleminde farklı parametrelerde yapılmış 7 deney, 60 dakikalık sabit kaplama süresinde gerçekleştirilmiş olup 1,5µm ile 2,1 µm arasında değişen film

kalınlıkları elde edilmiştir. En yüksek film kalınlığı 2,1 µm ile R3 deney şartlarında (TiNi: 6A, Ti: 1,5A, 0,33 Pa, 100V) en düşük film kalınlığı ise 1,5 µm ile R4 deney şartlarında (TiNi: 4A, Ti: 1,25A, 0,33 Pa, 200V) büyütülmüş filmlerde elde edilmiştir.

- CFUBMS yöntemiyle üretilen TiNi filmlerin amorf olduğu XRD analizi sonucu belirlenmiştir. Filmlerin kristalize olması şekil hafıza özelliğini kazanması için gereklidir. Filmlerin kristalize edebilmek için 400°C ile 650°C sıcaklıkları arasında değişen değerlerde 1 saat süreyle ısıtılmasına tabi tutulmuştur.
- 550°C ' de yapılan ısıtılma işlemi sonucunda yapının SEM görüntülerinde martenzit fazı tespit edilmiş ve yapının ise kolonlu bir görünüş sergilediği tespit edilmiştir. Ayrıca DSC analizi sonucunda 550°C ısıtılma işlemi yapılmış numunenin oda sıcaklığında martenzit faza sahip olduğu görülmüştür. Böylece TiNi filmleri kristalize edebilmek için en ideal sıcaklığın 550°C olduğu belirlenmiştir.
- 550°C ısıtılma işlemi tabi tutulmuş numunelerin XRD analizi incelendiğinde M(111) martenzit fazının yapıda baskın olarak bulunduğu ayrıca M(101) ve M(020) fazları da bu faza ek olarak pik verdiği görülmüştür.
- Kristalize edilmiş TiNi filmler üzerine CFUBMS yöntemiyle MoS₂ filmi 4 farklı kaplama parametresiyle 40 dakikalık sabit kaplama süresince büyütülmüştür.
- TiNi/MoS₂ filmlerin kaplama kalınlığı incelendiğinde 2,2 µm ile 3,8 µm arasında değer aldığı gözlemlenmiştir.
- MoS₂ kaplama parametreleri ile TiNi/MoS₂ kaplama kalınlıkları incelendiğinde MoS₂ hedef akımının TiNi/MoS₂ kaplama kalınlığını doğrudan etkilediği belirlenmiştir.
- Farklı taban malzemeler üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ kaplamaların XRD analizleri incelendiğinde D2 çeliği üzerinde MoS₂ filmine ait (100), (103) ve (105) tercihli yönelmesi elde edilmiş olup 52100 çeliğinde de benzer yönelmeler tespit edilmiştir.
- TiNi/MoS₂ kaplamaların sertlik değerleri 300 HV ile 436 HV arasında farklılık göstermiştir. Bu testler sonucu ışığında MoS₂ filmlerin R4 kaplama parametresinde 52100 ve D2 çeliği en sert film sertliği sağlamıştır.
- TiNi/ MoS₂ filmlere yapılan EDS analizi sonucunda genelde başarılı bir kaplama olduğu ancak en düşük aşınma oranı ve en yüksek sertlik değerini R4 kodlu MoS₂ filmi büyütülmesi sonucunda olduğu görülmüştür.

- İki farklı taban malzemesi üzerine büyütülen TiNi/MoS₂ filmlere atmosfer ortamında yapılan aşınma deneylerinde en düşük ortalama sürtünme katsayısı değeri (CoF) $\mu=0,025$ bulunmuştur. Bu değer D2 çeliği R4-7 kodlu filmde belirlenmiştir. Aşınma izi EDS analizi incelendiğinde Mo ve S atomları yanında O atomu bulunması ve oranının da yüksek olması hasebiyle MoO_x oluşumu sayesinde en yüksek sürtünme katsayısı elde edilmiş filmin aşınma oranı azalarak filmin dayanımı arttığı gözlemlenmiştir. Ayrıca R4-7 parametresindeki bu oksit oluşumunun sebebi XRD analizinde 52100 çeliğinde MoS₂ (100) piki görülürken D2 çeliğinde bu pikin elde edilememesi olarak söylenebilir.
- 52100 çeliğinde en düşük aşınma oranı R2-3 kodlu büyütülmüş TiNi/MoS₂ kaplamasında $0,48 \times 10^{-5}$ değeri elde edilmiş olup ayrıca bu numunenin ortalama sürtünme katsayısı değeri (CoF) $\mu= 0,1$ bulunmuştur.
- D2 çeliğinde en düşük aşınma oranı R1-2 kodlu büyütülmüş TiNi/MoS₂ kaplamasında $0,35 \times 10^{-5}$ değeri elde edilmiş olup ayrıca bu numunenin ortalama sürtünme katsayısı değeri (CoF) $\mu= 0,03$ bulunmuştur.
- Bu iki aşınma testleri sonucunda batıcı uç taban malzemeye ulaşmadan testin sonlandığı görülmüştür. Bu işlemde MoS₂ çok iyi katı yağlayıcı özelliğini gösterdiğinin ve iyi bir transfer filmi oluşturduğunun kanıtıdır.

Yapılan bu tez çalışmasında TiNi/MoS₂ kaplaması literatürde ilk defa birbiri üzerine kaplanmıştır. Bu tez çalışması sonrasında yapılacak çalışmalar ile farklı taban malzemelere filmlerin büyütülmesi yapılarak aşınma performansı incelenebilir. Bununla beraber yüksek sıcaklıkta yapılacak aşınma deneylerinin sürtünme ve aşınma üzerindeki etkilerini incelenip TiNi/MoS₂ kaplamaların TiNi faz dönüşümü sayesinde oluşacak olan süperelastiklik ve şekil hafıza etkisinin yağlayıcı performansları üzerindeki etkisi daha kapsamlı olarak incelenebilir. Ayrıca bu çalışma literatürde ilk olmasından dolayı bundan sonraki çalışmalara referans olabilir. Buna ilaveten bu çalışmada bulunan parametreler dışında farklı parametrelerin etkilerinin de irdelenip belirlenmesi ve optimize edilerek bu çalışmanın sonuçların daha da iyileştirilmesi sağlanabilir.

KAYNAKLAR

- Acar, E., Precipitation, Orientation and Composition Effects on the Shape Memory Properties of High Strength NiTiHfPd Alloys, PhD Dissertation, University of Kentucky, 2014.
- Arslan, Ersin. 2003. MoS₂-Ti Kompozit İnce Filmin Farklı Çelik Türleri Üzerine PVD İle Kaplanması: Mekanik-Tribolojik-Yapısal Özelliklerinin Karakterizasyonu. Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, 153, Erzurum.
- Aubert, A., Nabot, J.Ph., Emoult, J. And Renaux, Ph., 1990, Preparation and properties of MoS_x films grown by d.c. magnetron sputtering. Surface and Coatings Technology, 41, 127-134.
- Badami, Vijetha, and Bharat Ahuja. 2015. Biosmart Materials : Breaking New Ground in Dentistry Biosmart Materials : Breaking New Ground in Dentistry, no. February 2014. <https://doi.org/10.1155/2014/986912>.
- Baran, Özlem. 2007. Kapalı Alan Dengelenmemiş Magnetron Sıçratma (CFUBMS)Yöntemiyle Nüyütülmüş MoS₂ - Nb Kompozit Filmlerin Farklı Ortamlarda Tribolojik Özelliklerinin Araştırılması.Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, 56, Erzurum.
- Bhushan, B., 2001, Modern Tribology Handbook. CRC press, New York.
- Bhushan, B., Gupta B.K., 1991. Handbook of Tribology: Materials, Coatings and Surface Treatments.
- Bowden, F.P., and Tabor, D.1950, Friction and lubrication solids, PartII, Clarendon Press. Oxford, England.
- Buehler, W., Gilfrich, J.V., Wiley, R.C., 1963. Effect of low temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition TiNi. Journal of Applied Physics, 34, (1475), old is new again. Surface Science, 500, 741-758.
- Bunshah, F.R., 2001. Handbook Of Hard Coatings. USA, Noyes Publications / William Andrew Publishing, LLC. USA.
- Chen, Peter, and Jyh Ming Ting. 2001. Characteristics of TiNi Alloy Thin Films.” Thin Solid Films 398 (399): 597–601. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(01\)01325-6](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(01)01325-6).
- Choudhary, Nitin, and Davinder Kaur. 2016. Shape Memory Alloy Thin Films and Heterostructures for MEMS Applications: A Review. Sensors and Actuators, A: Physical 242: 162–81. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2016.02.026>.
- Chu, J.P., Lai, Y.W., Lin, T.N., Wang, S.F., 2000. Deposition and characterization of TiNi-base thin films by sputtering. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 277, (1-2), 11-17.
- Chu, J.P., Lai, Y.W., Lin, T.N., Wang, S.F., 2000. Deposition and characterization of TiNi-base thin films by sputtering. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 277, (1-2), 11-17.
- Cicek, Hikmet, and Ihsan Efeoglu. 2016. Fatigue and Adhesion Properties of Martensite

- and Austenite Phases of TiNi Shape Memory Thin Films Deposited by Magnetron Sputtering. *Surface and Coatings Technology* 308: 174–81. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.07.101>.
- Çiçek, Hikmet. 2015. TiNi Şekil Hafızalı Filmin Sentezlenmesi, Özelliklerinin Araştırılması ve Örnek Bir Mems Uygulaması. Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, 121, Erzurum.
- Dilibal, S. 2008. Nikel-Titanyum Şekil Bellekli Alaşım Üretimi ve Şekil Bellek Eğitimi. Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji Mühendisliği Anabilim Dalı, 115, İstanbul. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>.
- Fleischauer, P.D., 1987. Fundamental Aspects of Electronic structure, Materials Properties and Lubrication Performance of Sputtered MoS₂ Films. *Thin Solid Films*, (154), 309-322.
- Fu, Y. Q., Sam Zhang, M. J. Wu, W. M. Huang, H. J. Du, J. K. Luo, A. J. Flewitt, and W. I. Milne. 2006. On the Lower Thickness Boundary of Sputtered TiNi Films for Shape Memory Application. *Thin Solid Films* 515 (1): 80–86. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2005.12.039>.
- Fu, Y.Q., Huang, X., Du, H.J., Liu, Y., 2001. RF magnetron sputtered crystalline TiNiCu shape memory alloy thin Film. *Smart Structures and Materials 2001: Active Materials: Behavior and Mechanics*, 4333, 207-213.
- Fu, Yongqing, Hejun Du, and Sam Zhang. 2003. Sputtering Deposited TiNi Films: Relationship among Processing, Stress Evolution and Phase Transformation Behaviors *Surface and Coatings Technology* 167 (2–3): 120–28. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(02\)00896-4](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(02)00896-4).
- Ho, K.K., Carman, G.P., 2000. Sputter deposition of NiTi thin film shape memory alloy using a heated target. *Thin Solid Films*, 370, (1-2), 18-29.
- Holinski, R., Gansheimer, J., 1972. A Study of Lubricating Mechanism of MoS₂, 176-199.
- Holmberg, K., Matthews, A., 1994. *Coating Tribology*, Elsevier Tribology Series, (11), 172-189.
- Holmberg, K., Ronkainen, H., Mattehws, A., 2000, Tribology of thin coatings. *Ceramics International*, 26, 787-795.
- Huang, W., 2002. On the selection of shape memory alloys for actuators. *Materials & Design*, 23, (1), 11-19.
- Ishida, A., Sato, M., 2003. Thickness effect on shape memory behavior of Ti-50.0at.%Ni thin film. *Acta Materialia*, 51, (18), 5571-5578.
- J. Barth, B. Krevet, M. Kohl, A bistable shape memory microswitch with highenergy density, *Smart Mater. Struct.* 19 (2010) 094004.
- J. Van Humbeeck, Shape memory alloys: a material and a technology, *Adv.Eng. Mater.* 3 (2001) 837–850.
- Jayaram, G., Marks, L. D., Hilton, M. R., 1995, Nanostructure of Au-20%Pd layers in MoS₂ multilayer solid lubricant films. *Surface and Coatings Technology*, 76-77, 393-399.

- Kelly, P.J., 1994. *The Theory and Applications of Unbalanced Magnetron Sputtering*.
- Kim, Seong-woong, Yeong Min, Chan Hee, Jeoung Han, Dong-ho Kim, and Jong-taek Yeom. 2013. Martensitic Phase Transformation of TiNi Thin Films Fabricated by Co-Sputtering Deposition. *Journal of Alloys and Compounds* 580: 5–9. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.05.092>.
- Kishi, Y., Ikenaga, N., Sakudo, N., Yajima, Z., 2013. Shape memory behavior of TiNi alloy films sputter-deposited on polyimide substrate. *Journal of Alloys and Compounds*, 577, S210-S214.
- Krim, J., 2002, Surface science and the atomic- scale origins of friction: what once was *Wear*, (19), 329-342.
- Kudoh, Y., Tokonami, M., Miyazaki, S., Otsuka, K., 1985. Crystal-Structure of the Martensite in Ti-49.2 at-Percent-Ni Alloy Analyzed by the Single-Crystal X-Ray-Diffraction Method. *Acta Metallurgica*, 33, (11), 2049-2056.
- Kumar, A K Nanda, M D Kannan, S Jayakumar, K S Rajam, and V S Raju. 2006. Investigations on the Mechanical Behaviour of Rough Surfaces of TiNi Thin Films by Nano Indentation Studies. *Surface and Coatings Technology* 201 (6): 3253–59. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.06.053>.
- Lagoudas, D., C. . 2008. *Shape Memory Alloys*. Springer US.
- Lai, C.L., Huang, H.L., Shen, J.H., Wang, K.K., Gan, D., 2015. The formation of anatase TiO₂ from TiO nanocrystals in sol-gel process. *Ceramics International*, 41, (3), 5041-5048.
- Lee, H.J., Ni, H., Wu, D.T., Ramirez, A.G., 2005. Grain size estimations from the direct measurement of nucleation and growth. *Applied Physics Letters*, 87, (12),
Limitations, Cleveland, Ohio.
- M. Sreekumar, T. Nagarajan, M. Singaperumal, M. Zoppi, R. Molfino, Criticalreview of current trends in shape memory alloy actuators for intelligentrobots, *Ind. Robot: Int. J.* 34 (2007) 285–294.
- M.H. Wu, L.M. Schetky, *Industrial applications for shape memory alloys*, Pacific Grove, CA, USA, in: *Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*, 171–182, 2000.
- Mattox, D.M., 1998. *Handbook Of Physical Vapor Deposition (Pvd) Processing* New Jersey, U.S.A, Noyes Publications. New Jersey, U.S.A.
- Mattox, D.M., 1998. *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*. United States of America, Noyes Publications. United States of America.
- Mckelvey A.L. and Ritchie R.O., Fatigue-crack growth behavior in the superelastic andshape-memory alloy Nitinol, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2001; 32A: 731-743.
- Miyazaki, S., Fu, Y. Q., Huang, W. M. . 2009. *Thin Film Shape Memory Alloys, Fundamentals and Device Applications*. New York, Cambridge University Press. New York.
- Miyazaki, S., Fu, Y. Q., Huang, W. M., 2009. *Thin Film Shape Memory Alloys: Fundamentals and Device Applications*. Cambridge University Press.7

- Miyoshi, K, 1998, Solid lubricant fundamentals and applications: Charactererization of solid surfaces. NASNTM, 80, Cleveland, Ohio.
- Mogne, T.L., Donnet, C. Martin, J.M., Tonck, A. and Millard-Pinard,N., Fayeulle,S.,Moncoffre, N., 1994, Nature of süper-lubricating MoS₂ physical deposition coatings. Journal of Vacuum Science Technology, A12, 1998.
- Motemani, Y, M J Tan, T J White, and W M Huang. 2011. Rapid Thermal Annealing of Ti-Rich TiNi Thin Films : A New Approach to Fabricate Patterned Shape Memory Thin Films. Materials and Design 32 (2): 688–95. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.07.039>.
- Movchan, B.A., Demchishin, A. V., 1969. Study of the Structure and Properties of Thick Vacuum Condensates of Nickel, Titanium, Tungsten, Aluminum Oxide and Zirconium Oxide. Phys. Met. Metalogr., 28,
- Namaz, T., Inoue, S., Hashizume, A., Koterazawa, K., 2006. Thermomechanical behavior of Ti-Ni shape memory alloy films deposited by DC magnetron sputtering. Vacuum, 80, (7), 726-731.
- Otsuka, K., Kakeshita, T., 2002. Science and technology of shape-memory alloys. New developments. Mrs Bulletin, 27, (2), 91-100.
- Otsuka, K., Wayman, C.M. (1998). Shape Memory Materials. Cambridge University Press.
- Ölander, A., 1932. An Electrochemical Investigation Of Solid Cadmium-Gold Alloys. J. Am. Chem. Soc, 54, (10),
- Pan, G.J., Cao, Z.H., Wei, M.Z., Shi, J., Xu, L.J., Meng, X.K., 2014. Thickness and grain size dependence of B2-R martensitic transformation behaviors in nanoscale TiNi films. Materials Letters, 130, 285-288.
- Podgornik, B., 2001, Coated machine elements- friction or reality. Surface and Coatings
- Quandt, E., Halene, C., Holleck, H., Feit, K., Kohl, M., Schlossmacher, P., Skokan, A., Skrobanek, K.D., 1996. Sputter deposition of TiNi, TiNiPd and TiPd films displaying the two-way shape-memory effect. Sensors and Actuators a-Physical, 53, (1-3), 434-439.
- Ryhanen, J., Bicompatibility evaluation of nichel titanium shape memory metal alloy, PhD. Thesis, Oulu University Library, 1999.
- Seguin, J.L., Bendahan, M., Isalgue, A., Esteve-Cano, V., Carchano, H., Torra, V., 1999. Low temperature crystallised Ti-rich NiTi shape memory alloy films for microactuators. Sensors and Actuators a-Physical, 74, (1-3), 65-69.
- Seshan, K., 2002. Handbook of Thin-Film Deposition Processes and Techniques. USA, Noyes Publications. USA.
- Shaw, J.A., Churchill, C.B., Iadicola, M.A., 2008. Tips and tricks for characterizing shape memory alloy wire: Part 1 - Differential scanning calorimetry and basic phenomena. Experimental Techniques, 32, (5), 55-62.
- Spalvins, T., 1991. Lubrication with Sputtered MoS₂ Films: Principles, Operation,
- Spalvins, T., 1978, Coatings for wear and lubrication. Thin Solid Films, 53, 285-300,
- Spalvins, T., 1980, Tribological properties of sputtered MoS₂ films in relation to film morphology. Thin Solid Films, 29, 291-297.

- Stachowiak, G.B., McCormick, P.G., 1988. Shape Memory Behavior Associated with the R and Martensitic Transformations in a NiTi Alloy. *Acta Metallurgica*, 36, (2), 291-297.
- Stupp, B.C., 1981. Synergistic Effects of Metals Co-Sputtered with MoS₂. *Thin Solid Films*, (5), 257-266.
- Sun, L., Huang, W.M., Ding, Z., Zhao, Y., Wang, C.C., Purnawali, H., Tang, C., 2012. Stimulus-responsive shape memory materials: A review. *Materials & Design*, 33, 577-640.
- Taguchi, G., 1987, Taguchi techniques for quality engineering. Quality Resources, New York.
- Tanaka, Y., Himuro, Y., Kainuma, R., Sutou, Y., Omori, T., Ishida, K., 2010. Ferrous Polycrystalline Shape-Memory Alloy Showing Huge Superelasticity. *Science*, 327, (5972), 1488-1490.
- Teer, 1991. Teer US Patent, Teer Coatings Ltd, 290 Hartlebury Trading Estate, Hartlebury, Worcestershire DY10 4JB, UK. *Journal, (Issue), Technology*, 146-147,318-323.
- Teer, D.G., Bellido-Gonzalez, V., Jones, A.H.S., Hampshire, J., Allen, T.J., Witts, J., Ma, K.J., Upton, D., 1997. Tribological behaviour of high performance MoS₂ coatings produced by magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, (97), 687-693.
- Thornton, J.A., 1977. High-Rate Thick-Film Growth. *Annual Review of Materials Science*, 7, 239-260.
- V.K. Varadan, V.V. Varadan, *Microsensors microelectromechanical systems (MEMS), and electronics for smart structures and systems*, *Smart Mater. Struct.* 9 (2000) 953–972.
- Vierneusel, Bernd, Thomas Schneider, Stephan Tremmel, Sandro Wartzack, and Thomas Gradt. 2013. Humidity Resistant MoS₂ Coatings Deposited by Unbalanced Magnetron Sputtering. *Surface and Coatings Technology* 235: 97–107. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.07.019>.
- Waghay, H., Lee, T.S., Tatarchuk, B.J., 1995, A study of tribology and electrical properties of sputtered and burnished transition metal dichalcogenide films. *Surface and Coatings Technology*, 120-121, 629-635.
- Wang, X., Rein, M., Vlassak, J.J., 2008. Crystallization kinetics of amorphous equiatomic NiTi thin films: Effect of film thickness. *Journal of Applied Physics*, 103, (2),
- Wayman, C.M., Duerig, T. W., 1990. An introduction to martensite and shape memory. In *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. New York, Butterworth-Heinemann. New York.
- Wu, S K, C L Chu, and H C Lin. 1997. Ion Nitriding of Equiatomic TiNi Shape Memory Alloys II. *Corrosion Properties and Wear Characteristics* 92: 206–11.
- Xu, G., Zhou, Z., Liu, J., Ma, X., 1999, An investigation of fretting behavior of ion-plated TiN, magnetron-sputtered MoS₂ and their composite coatings. *Wear*, 225-229, 45-52.
- Yamauchi, K., Ohkata, I., Tsuchiya, K., Miyazaki, S., 2011. Shape memory and superelastic alloys. Woodhead Publishing.

- Zhang, C, and Z N Farhat. 2009. Sliding Wear of Superelastic TiNi Alloy 267: 394400. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2008.12.093>.
- Zhang, Ergeng, Jingjing Liu, and Wei Li. 2019. Microstructures, Mechanical and Tribological Properties of NbN/MoS₂ Nanomultilayered Films Deposited by Reactive Magnetron Sputtering. *Vacuum* 160 (November 2018): 205–9. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.11.038>.



ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı-Soyadı : Ozan Can AKAR
Uyruğu : TC
Doğum Tarihi ve Yeri : 06.10.1993 / TRABZON
Medeni Hali : Bekar
Telefon : +90 546 623 16 81
e-mail : ozancanakar@gmail.com

Eğitim

Derece	Üniversite	Mezuniyet Yılı
Yüksek Lisans	Erzurum Teknik Üniversitesi, Makine Mühendisliği ABD	2019
Lisans	Erzurum Teknik Üniversitesi, Makine Mühendisliği	2016
Lise	Yavuz Sultan Selim Anadolu Lisesi	2011

Uluslararası Kongre Sunum

1-H. Çiçek, **O. C. Akar**, İ.Efeoğlu “Structural and Mechanical Properties of TiNi Coatings Deposited With Magnetron Sputtering Method at Different Coating Parameters”, IMSEC 2019, Antalya, Türkiye.