

T.C.
ERZİNCAN BİNALİ YILDIRIM ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

MAGNETRON SICIRATMA YÖNTEMİ İLE KAPLANMIŞ TİN
FİLMLEİN YAPISAL, MEKANİK VE TRİBOLOJİK
ÖZELLİKLERİ ÜZERİNDE TABAN MALZEME SICAKLIĞININ
ETKİSİ

Erhan Emre BİLGİN

Danışman: Doç. Dr. Özlem BARAN

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ERZİNCAN

2019

Her Hakkı Saklıdır.

Kabul ve Onay Sayfası

Doç. Dr. Özlem BARAN danışmanlığında, Erhan Emre BİLGİN tarafından hazırlanan bu çalışma 11.06.2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak oybirliği (3/3) ile kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

İmza:



Üye : Doç. Dr. Özlem BARAN

İmza:

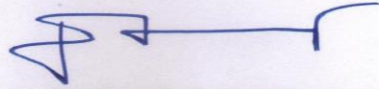


Üye : Dr. Öğr. Üyesi Mevra ASLAN

İmza:



Yukarıdaki sonuç Enstitü Yönetim Kurulunun 12. / 07. / 2019 tarih ve 27. / 14. sayılı kararı ile onaylanmıştır.



Prof. Dr. Mustafa Fatih ERTUGAY
Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildirişlerin, şekil ve tabloların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

Bilimsel Etięe Uygunluk Sayfası

“Magnetron Sıçratma Yöntemi ile Kaplanmış TiN Filmlerin Yapısal, Mekanik ve Tribolojik Özellikleri Üzerinde Taban Malzeme Sıcaklığının Etkisi” isimli “Yüksek Lisans” tezim tarafımca intihal tespit programı ile incelenmiştir. Buna göre tezimde bilimsel etik ihlali ve intihal olarak nitelendirilebilecek herhangi bir durum olmadığını taahhüt ederim.

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir biçimde elde edildiğini; aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiğı gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi beyan ederim. 25/04/2019



Erhan Emre BİLGİN

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

MAGNETRON SIÇRATMA YÖNTEMİ İLE KAPLANMIŞ TiN FİLMLERİN YAPISAL, MEKANİK VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNDE TABAN MALZEME SICAKLIĞININ ETKİSİ

Erhan Emre BİLGİN

Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Özlem BARAN

Kesici takımların sertliğini ve aşınma direncini önemli derecede artıran Titanyum Nitrür (TiN) sert filmler çeşitli kaplama yöntemleri ile birçok farklı taban malzeme yüzeyine kaplanarak endüstrinin pek çok alanında yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu çalışmada, magnetron sıçratma yöntemi kullanılarak, farklı taban malzeme sıcaklıklarında D2 soğuk iş takım çeliğinin yüzeyine TiN filmler kaplanmıştır. Farklı taban malzeme sıcaklıklarının TiN filmlerin yapısal, mekanik ve tribolojik özelliklerine etkisi incelenmiştir. Filmlerin yapısal özelliklerini belirlemek için SEM ve XRD, sertliğini belirlemek için mikro sertlik test cihazı kullanılmıştır. Filmlerin adezyon ve aşınma özelliklerini belirlemek için sırasıyla çizik test cihazı ve pin-on-disk tribometre kullanılmıştır. Taban malzeme sıcaklığının artması ile birlikte artan film kalınlığı ve küçülen tane boyutu gözlemlenmiştir. TiN filmler D2 soğuk iş takım çeliğinin yüzey sertliğini önemli ölçüde artırmıştır. Artan taban malzeme sıcaklığı ile birlikte TiN filmlerin sertliği, adezyonu ve aşınma direnci önemli ölçüde artmıştır.

2019, 42 sayfa

Anahtar Kelimeler: Adezyon, Aşınma, D2 takım çeliği, Magnetron sıçratma, TiN

ABSTRACT

Master Thesis

EFFECT OF SUBSTRATE TEMPERATURE ON STRUCTURAL, MECHANICAL AND TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF TiN FILMS DEPOSITED WITH MAGNETRON SPUTTERING METHOD

Erhan Emre BİLGİN

Erzincan Binali Yıldırım University
Institute of Natural and Applied Sciences
Department of Mechanical Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Özlem BARAN

Titanium nitride (TiN) hard films, which significantly increase the hardness and wear resistance of the cutting tools, are widely used in many areas of the industry by coated them on the surface of many different substrates using various deposition methods. In this study, TiN films were coated on the surface of D2 cold work tool steel at different substrate temperatures using magnetron sputtering method. The effects of different substrate temperatures were investigated on the structural, mechanical and tribological properties of TiN films. SEM and XRD were used to determine the structural properties of the films and the microhardness tester was carried out to calculate the hardness value. Scratch tester and pin-on-disc tribometer were used to determine the adhesion and wear properties of the films, respectively. The increasing film thickness and smaller particle size were observed with the increase of the substrate temperature. TiN films has significantly increased the surface hardness of D2 cold work tool steel. The hardness, adhesion and wear resistance of TiN films increased significantly with the increasing substrate temperature.

2019, 42 pages

Keywords: Adhesion, D2 Tool Steel, Magnetron sputtering, TiN, wear

TEŐEKKÜR

Tez alıőmam sűresince deęerli fikir ve tecrűbelerini benimle paylaőan ve destekleyen danıőman hocam Sayın Do. Dr. Őzlem BARAN'a teőekkűrű bir bor bilirim.

alıőmamın tamamlanmasında emei geen Atatűrk Őniversitesi'nden Sayın Prof. Dr. İhsan EFEOĐLU ve Sayın Dr. Arő. Gűr. Ayőenur KELEŐ'e teőekkűr ederim.

Hayatım boyunca beni hep destekleyen, yaptığım iőlerde beni cesaretlendiren, bugűnlere gelmemde bűyűk emek harcayan ve hayatımda hep ok bűyűk yeri olan aileme teőekkűrű bir bor bilirim.

Erhan Emre BİLGİN

Haziran, 2019

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR	v
ŞEKİLLER LİSTESİ	vii
TABLolar LİSTESİ.....	viii
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	4
2.1. Takım Çelikleri	4
2.1.1. Sıcak İş Takım Çelikleri.....	5
2.1.2. Yüksek Hız Takım Çelikleri	6
2.1.3. Soğuk İş Takım Çelikleri	6
2.2. Kesici Takım Aşınması ve Kesici Takımlara Uygulanan Kaplamalar	8
2.3. Titanyum Nitrür (TiN) Kaplamalar.....	10
2.4. Yüzey Kaplama Metotları	12
2.4.1. Fiziksel Buhar Kaplama (PVD)	13
2.4.1.1. Sıçratma Yöntemi	13
2.4.1.1.1. Magnetron Sıçratma Yöntemi	15
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	17
4. ARAŞTIRMA BULGULARI.....	21
5. SONUÇ ve ÖNERİLER.....	31
KAYNAKLAR	32
EKLER.....	41
Ek-1. Tez Çalışması Süresince Yapılan Akademik Çalışmalar	42
ÖZGEÇMİŞ	43

SİMGELER ve KISALTMALAR

Simgeler

$^{\circ}C$	Santigrat
μm	Mikrometre
Al_2O_3	Alüminyum Oksit
AlN	Alüminyum nitrür
cm^2	Santimetre Kare
eV	Elektron Volt
GPa	Gigapascal
kV	Kilovolt
kW	Kilowatt
m^3	Metreküp
mA	Miliamper
$mbar$	Milibar
mm	Milimetre
$mTorr$	MiliTor
N	Newton
nm	Nanometre
$TiAlN$	Titanyum Alüminyum Nitrür
TiC	Titanyum Karbür
$TiCrN$	Titanyum krom nitrür
TiN	Titanyum Nitrür
V	Volt
V_s	Taban malzeme bias voltajı
ZrN	Zirkonyum nitrür
ν	Kinematik viskozite (m^2/s)

Kısaltmalar

AISI	Amerikan Demir Çelik Enstitüsü
ASTM	Amerikan Standart Test metodu
CVD	Kimyasal Buhar Kaplama
DIN	Alman Standartlar Enstitüsü
EDS	Enerji dağılım spektrometre
PVD	Fiziksel Buhar Kaplama
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
TS	Türk Standartları
XRD	X Işını Kırınım ölçer

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1. Thornton tarafından önerilen Yapı Zone modelinin kesit görüntüsünün şematik gösterimi.....	2
Şekil 2.1. Sıçratma sisteminin şematik gösterimi.....	14
Şekil 2.2. Magnetronlarda gözlemlenen plazma kapanmasının sistematik görünüşü....	16
Şekil 3.1. Sıçratma sistemi.....	17
Şekil 3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	18
Şekil 3.3. XRD cihazı.....	19
Şekil 3.4. Çizik test cihazı.....	20
Şekil 3.5. Aşınma test cihazı.....	20
Şekil 4.1. TiN filmin kırılma yüzeyinden elde edilen tipik SEM görüntüsü.....	21
Şekil 4.2. Farklı taban malzeme sıcaklıklarında büyütülmüş TiN filmlerin yüzey morfolojileri.....	22
Şekil 4.3. D2 taban malzeme ve farklı taban malzeme sıcaklıklarında büyütülmüş TiN filmlerin XRD grafiği.....	23
Şekil 4.4. R1 parametreleri ile kaplanmış TiN film için çizik testinden elde edilen normal yük-sürtünme katsayısı grafiği.....	25
Şekil 4.5. R2 parametreleri ile kaplanmış TiN film için çizik testinden elde edilen normal yük-sürtünme katsayısı grafiği.....	26
Şekil 4.6. R3 parametreleri ile kaplanmış TiN film için çizik testinden elde edilen normal yük-sürtünme katsayısı grafiği.....	26
Şekil 4.7. R4 parametreleri ile kaplanmış TiN film için çizik testinden elde edilen normal yük-sürtünme katsayısı grafiği.....	27
Şekil 4.8. Çizik testleri sonucu TiN filmlerden elde edilen optik mikroskop görüntüleri.....	28
Şekil 4.9. D2 takım çeliği ve farklı taban malzeme sıcaklıklarında büyütülmüş TiN filmler için aşınma testlerinden elde edilen sürtünme katsayısı-zaman grafiği.....	29
Şekil 4.10. D2 soğuk iş takım çeliği için aşınma yüzeyinden elde edilen SEM görüntüsü.....	30
Şekil 4.11. TiN filmler için aşınma yüzeylerinden elde edilen SEM görüntüleri.....	30

TABLolar LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1.1. Soğuk iş takım çeliklerinin kullanım alanına göre seçimi.....	7
Tablo 3.1. Kaplama parametreleri.....	18
Tablo 4.1. Farklı taban malzeme sıcaklıklarında büyütülen TiN filmlerin kalınlığı, tane boyutu, sertlik değeri ve elementel analiz sonuçları.....	22
Tablo 4.2. D2 soğuk iş takım çeliği ve farklı taban malzeme sıcaklıklarında büyütölmüş TiN filmlerin sürtünme katsayısı ve aşınma oranı ile TiN filmlerin kritik yük değeri.....	28



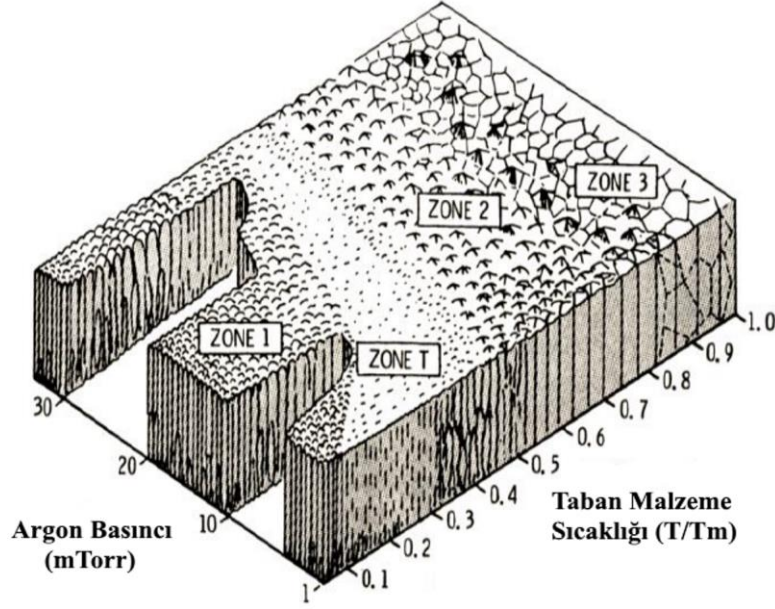
1. GİRİŞ

AISI D serisi soğuk iş takım çelikleri, üstün mekanik ve tribolojik özellikleri nedeniyle yaygın olarak kesme ve şekillendirme uygulamaları için kullanılırlar. Ancak, düşük sertliğe sahip bu çelikler, şiddetli koşullar (yüksek sıcaklık, oksidasyon, yüksek yük, vs.) altında aşınma hasarı sergiler (Yasavol ve Ramalho, 2015). Endüstriyel uygulamalarda kullanılan kesici takımlar ve sac şekillendirme kalıpları üzerine büyütülen geçiş metal nitrür kaplamalar yüksek sertlik ve aşınma direncine sahiptir (Elmkhah vd., 2018). Bu kaplamaların ilk nesli, seramik Titanyum Nitrür (TiN) kaplamalar (Kataria vd., 2012), takımların korunması için en yaygın kullanılan kaplamalardır (Chavda vd., 2016), ve bu kaplamalar özellikle kesici takımlarda kullanılmaktadır (Scholl, 1997). TiN kaplamalar düşük sürtünme katsayısı ve yüksek aşınma direnci gibi mükemmel tribolojik özelliklere (Shukla vd., 2017), yüksek sertliğe (Chavda vd., 2016; Shukla vd., 2017; Cui vd., 2017) ve iyi korozyon direncine (Chavda vd., 2016; Zhang vd., 2017) sahiptir. Bu kaplamalar fiziksel buhar kaplama (PVD) ve kimyasal buhar kaplama (CVD) teknikleri ile büyütülebilirler (Takadoun ve Bennani, 1997; Jones vd., 2000; Wu vd., 2017).

Takadoun ve Bennani (1997), bu kaplama teknikleri ile büyütülmüş TiN kaplamaların takımların ömrünü önemli derece artırdığını rapor etmiştir. TiN kaplamaların mekanik özelliklerinin, tercihli oryantasyonundan kuvvetli bir şekilde etkilendiği ve bu tercihli oryantasyona bağlı olarak etkilenen mekanik özelliklerin taban malzeme sıcaklığına, azotun kısmi basıncına ve gelen iyon metal akı oranına göre değiştiği belirtilmiştir (Tiron vd., 2017).

Herhangi bir kaplama işleminde en önemli işlem parametrelerinden biri taban malzeme sıcaklığıdır. Taban malzeme sıcaklığını kontrol etme yeteneği, kaplama oranı, mikroyapı ve üretilen kaplamanın özellikleri üzerinde büyük bir etkiye sahip olmaktadır. Taban malzeme sıcaklığı ile ilgili en önemli nokta, elde edilen mikroyapı ile doğrudan korelasyona sahip olmasıdır (Perednis ve Gauckler, 2005). Thornton (1974) tarafından önerilen Yapı Bölge (Zone) Modeli'ne (SZM) (Şekil 1.1) göre, taban malzeme sıcaklığının yükselmesi yüzey atomlarının hareketliliğinin artmasına ve bu

durum Zone T (geçiş bölgesi) oluşumuna yol açar. Kaplama sırasındaki sıcaklık artışına bağlı olarak Zone 1, Zone T, Zone 2 ve Zone 3 bölgeleri oluşur.



Şekil 1.1. Thornton tarafından önerilen Yapı Zone modelinin kesit görüntüsünün şematik gösterimi (Thornton, 1974)

Şekil 1.1 önemli fonksiyonel parametre olarak taban malzeme sıcaklığı ile ince filmlerde tane büyüklüğünün geçişini açık bir şekilde göstermektedir. Bu nedenle, genel olarak PVD yöntemlerinden biri olan sıçratma işlemi sırasında, taban malzeme yüzeyi üzerindeki kimyasal reaksiyon ve yüzey atomu hareketliliği, taban malzeme sıcaklığından etkilenebilir. İnce film kaplama için yüksek sıcaklıkta taban malzeme kullanmanın avantajlarından biri, kaplama esnasında oluşan artık gerilmenin en aza indirgenmesidir. Sıçratma işleminde, kaplanan film yüzeyinde oluşan reaktif gazların oluşturduğu zayıf bağlar (poison) bir dezavantajdır ve bu durum daha yüksek taban malzeme sıcaklıkları kullanıldığında azalabilir (Bunshah, 1994). Mbarek vd. (2010), oda sıcaklığında, herhangi bir taban malzeme üzerine biriktirilen kaplamanın daha fazla gözenekliliğe sahip olduğunu ve taban malzeme sıcaklığında bir artış olduğunda adatom mobilitesi ve kristalliliğin arttığını rapor etmiştir. Daha yüksek taban malzeme sıcaklığı ile ince filmin stokiyometrik bileşimi kademeli olarak iyileştirilir (Jeong vd., 2003). Yüksek sıcaklıkta, küçük boyutlu tanecikler daha yuvarlatılmış hale geldiğinden tanecik

yapısı modifiye edilir. İnce filmin yüksek taban malzeme sıcaklığında yüzey pürüzlülüğü, kullanılan taban malzemenin yapısına bağlı olarak artabilir veya azalabilir (Mbarek vd., 2010). Kaya vd. (2015) taban malzeme sıcaklığının değiştirilmesinin, yüzey pürüzlülüğü değerinde, iletkenlik ve tane sınırının oryantasyonunda değişikliklerle sonuçlandığını rapor etmiştir. Genel olarak, sıçratma işleminde daha iyi kristallik elde etmek için, biriken atomların çok yüksek enerjiye sahip olmaları beklenir, bu önkoşul, yüksek taban malzeme sıcaklığının kullanımı ile yerine getirilir (Mbarek vd., 2010; Kaya vd., 2015). Zhang vd. (2011), taban malzeme sıcaklığı arttıkça, atom hareketliliğinde artma ve yapısal kusurlarda azalma olduğunu belirtmiştir.

Bu bulgular ışığında; bu çalışmada, mekanik ve tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla kesici takımlarda kullanılan D2 soğuk iş takım çeliğinin üzerine magnetron sıçratma yöntemi kullanılarak farklı taban malzeme sıcaklıklarında TiN filmler büyütülmüştür. Filmlerin yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri üzerinde farklı taban malzeme sıcaklığının etkisi incelenmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Takım Çelikleri

Takım çelikleri, çok çeşitli bir malzeme yelpazesinde yer alan metal malzemelerin kesilmesi ve şekil verilmesi amacıyla kullanılan çok özel alaşımlı çeliklerdir. Takım çeliklerinin ilk kullanımı tarih öncesi çağlara dayanır. Bu çeliklerin tarihte ilk kullanımı ve sertleştirilmesi 3000 yıl öncesine dayanmaktadır. Sertleştirme işlemi eski dönemlerde ısıtma+su verme olarak yapılmaktaydı. Isıtma işlemi normal ortamlarda yapıldığı için yüzeylerde istenmeyen oksit bileşikleri meydana gelmekteydi. Fakat, günümüzde vakum fırınlarında yapılan ısıtma+su verme işlemleri ile bu durum önlenmektedir. Takım çeliklerinin 19. yüzyılın ortasında ve 20. yüzyılın başlarında yeni alaşım elementleri ile tanışmasından önce bu çeliklerde alaşım elementi olarak sadece karbon kullanılmıştır. Gelişen teknoloji ile malzemeden beklenen özelliklerin artmasıyla, bu alanda kullanılacak çeliklerin ihtiyaçlarını karşılayabilmek için yeni alaşım elementleri eklenmeye başlanmış, bu alaşımlama işlemi mangan, tungsten, molibden, vanadyum ve krom gibi yeni alaşım elementlerinin bulunması ve farklı mekanik özelliklere sahip alaşımlı çelik türlerinin gelişimiyle paralel şekilde ilerlemiştir. Paralel ilerleme çelik üretim teknolojisinde olmuştur. Üretim esnasında yapılan safsızlık kontrolü, malzemelerin daha hassas olarak üretilmesini sağlamıştır. Gelişen teknolojiler ile birçok özel alanda kullanılacak özel çelik türleri üretilmektedir (Toptop, 2011).

Takım çelikleri kullanıldıkları alanlara göre özel olarak ayarlanmış alaşım yapıları sayesinde üstün özellikler gösteren çeliklerdir. Genel olarak kalıp malzemesi ya da şekillendirici olarak kullanıldıkları durumlarda malzemelerden beklenen özellikler ortaktır. Bunlar sertlik, süneklik, tokluk, sıcak yorulma dayanımıdır. Talaşlı imalatta kullanılan bu malzemelerden, kullanım amacı ve koşullarına bağlı olarak birçok fiziksel ve mekanik özelliklerinin en uygun şekilde yerine getirilmesi istenir. Bu özellikler genel anlamda ele alınırsa; yüksek aşınma direnci, çekme dayanımı, akma dayanımı, darbe dayanımı, sertlik, tokluk ve yeterli sünekliktir (Erdoğan, 2000).

Takım çelikleri, çelik sınıflandırılmasında ayrı bir grup olarak incelenmektedir. Bunun sebebi farklı sınıflardaki çeliklere kıyasla özellikle çalışma koşulları bakımından değişiklik göstermeleridir. Takım çelikleri, toplam çelik üretiminin nispeten küçük bir yüzdesini oluşturmakla beraber diğer çelik mamüllerinin ve mühendislik malzemelerinin üretiminde kullanıldıkları için stratejik bir konuma sahiptirler (Steiner, 1990).

Takım çeliklerinin sistematik olarak içerdiği alaşım elementlerine ve kimyasal bileşimine göre sınıflandırılması mümkün olmadığı için sınıflandırılması ana kullanım alanına göre yapılmaktadır. Burada karakteristik farklılık malzemenin özelliklerini etkileyen çalışma sıcaklığıdır. Buna göre DIN 17350 normunda takım çelikleri;

- Sıcak iş takım çelikleri
 - Yüksek hız takım çelikleri
 - Soğuk iş takım çelikleri
- olmak üzere 3 grupta sınıflandırılmıştır.

2.1.1. Sıcak İş Takım Çelikleri

Sıcak iş takım çelikleri çoğunlukla sıcak dövme, sıcak ekstrüzyon, enjeksiyon kalıpları ve sıcak form verme gibi 200°C'nin üzerindeki sıcaklıklara çıkılan uygulamalarda kullanılır. Sıcak iş takım çelikleri %0.30-0.60 oranında karbon ve %2.00-12.00 oranında krom içerir. H sembolü ile gösterilen sıcak iş takım çeliklerinin en bilinen özelliği bileşiminde bulunan krom, molibden ve volfram gibi alaşım elementleri nedeniyle sertliğini yüksek sıcaklıklara kadar koruyabilmeleridir (Jeglitsch, 1999).

Sıcak iş takım çeliklerinin sahip olduğu yüksek sıcaklıkta sertliğini koruyabilme, sıcak aşınma direnci, yüksek sıcaklık çekme mukavemeti, ısıl iletkenlik gibi özellikleri artan krom, molibden, volfram içeriği ile doğru orantılı olarak artış göstermektedir. Buna ilaveten bu çeliklerin sertleşme kabiliyeti yüksektir ve havada soğutma ile sertleştirmek mümkün olmaktadır (Roberts vd., 1998).

2.1.2. Yüksek Hız Takım Çelikleri

Yüksek hız takım çeliklerinin çalışma anındaki yüksek kesme hızlarından dolayı kesici ucunda kızıl bölge meydana gelmektedir. Fakat bu çeliklerin kızıl derece sertlikleri (sıcak sertlik) yüksek olduğundan dolayı bütün koşullarda talaş kaldırma özelliğine sahiptirler. Bu malzemeler yüksek sıcaklıklara ve aşınmaya karşı her zaman dayanıklıdır. Bu özellikleri çeliğe kazandırmak için bazı alaşım elemanlarının ilavesinin yanında uygun ısıtma işleminin de gerçekleştirilmesi gerekmektedir (Rollason, 1987).

2.1.3. Soğuk İş Takım Çelikleri

Takım çeliklerinin önemli bir türü olan ve diğer takım çeliklerine kıyasla daha geniş kullanım alanına sahip olan soğuk iş takım çelikleri genel olarak 200 °C'nin altındaki sıcaklıklarda bulunan, iş parçalarının talaşlı ve talaşsız şekil verme işlemlerinde (kesme, şekil verme, sıvama, eğme, bükme vb.) kullanılan takım çelikleridir. Soğuk iş takım çelikleri uzun süreli bir gelişim ve kullanım süresine sahiptir. Soğuk iş takım çeliklerine uygulanan işlemler ile takım ömrünü uzatmak, dayanımını arttırmak ve mekanik özelliklerini daha iyi seviyelere çıkarmak amaçlanmaktadır (Steiner, 1990).

Soğuk iş takım çeliklerinin sahip olduğu özelliklerden bazıları aşağıda sıralanmıştır:

- Yüksek aşınma dayanımı,
- Abrasif ve adeziv aşınmayla yüzey yorulmasına karşı dirençli olması,
- Yüksek basma dayanımı,
- Kullanım esnasında boyutsal kararlılık,
- Yüksek tokluk,
- İyi işlenebilirlik,
- Yüksek sertlik ve sertleşebilirlik.
- Homojen bir iç yapı (Viale vd., 2002).

Soğuk iş takım çeliklerinin kullanım alanları TS 3921 ve ASTM A681'de tanımlanmıştır. Bu standartlara göre kullanım alanları; kesme bıçakları, bükme kalıpları, sıvama kalıpları, soğuk şekil verme kalıpları, baskı makaraları, zımbalar, pres takımları ve ölçme aletleridir. Soğuk iş takım çeliklerinden kullanıldıkları alanlara göre istenilen

en önemli özellikler tokluk ve aşınma dayanımıdır. Soğuk iş takım çeliklerinin kendi içlerinde kullanım alanına göre seçimleri, AISI'ye göre Tablo 1.1'deki gibi belirlenmiştir. Bu belirlemeler, aşınma direnci ve tokluk parametreleri göz önünde bulundurularak 1'den 9'a kadar bir nümerik sistem yardımıyla kendi aralarında karşılaştırılmak suretiyle yapılmıştır. Burada 9 en üst dereceyi, 1 ise en alt seviyeyi göstermektedir.

Tablo 1.1. Soğuk iş takım çeliklerinin kullanım alanına göre seçimi (Roberts vd., 1998)

Soğuk İş takım çeliği (AISI)	Aşınma direnci derecesi	Tokluk derecesi	Çalışma sertliği (HRC)
Yağda sertleşen soğuk iş takım çelikleri			
O1	4	3	57-62
O2	4	3	57-62
O6	3	3	58-63
O7	5	3	58-64
Havada sertleşen soğuk iş takım çelikleri			
A2	6	4	57-62
A3	7	3	58-63
A4	5	4	54-62
A6	4	5	54-60
A7	9	1	58-66
A8	4	8	48-57
A9	4	8	40-56
A10	5	3	55-62
Yüksek karbonlu ve yüksek kromlu soğuk iş takım çelikleri			
D2	8	2	58-64
D3	8	1	58-64
D4	8	1	58-64
D5	8	2	58-63
D7	9	1	58-66

Sürekli aşınmaya maruz kalan kalıp veya takım malzemelerinde, tokluk özelliğine bakmadan yüksek aşınma dayanımını sağlayan D serisi soğuk iş takım çelikleri tercih

edilmelidir. Ancak hem aşınmaya hem de darbeye maruz kalan kalıp veya takım malzemelerinde, yüksek aşınma direncinin yanı sıra tokluğuda yüksek olan A veya O serisi soğuk iş takım çelikleri tercih edilmelidir (Roberts vd., 1998).

AISI D2 soğuk iş takım çeliği, yüksek aşınma direnci, yüksek tokluk ve yüksek sertleştirilme kabiliyetine sahip olduğundan makina imalat sanayinde yaygın olarak kullanılan bir malzemedir. AISI D2 takım çeliği genelde kalıplar, zımbalar, makas bıçakları, çapak alma kalıpları gibi kırılmaya maruz kalan elemanların imalatında kullanılan ve ısı işleme tabii tutulan malzemelerdir (Şirin, 2010).

2.2. Kesici Takım Aşınması ve Kesici Takımlara Uygulanan Kaplamalar

Kesici takımda, özellikle matkap ucunda aşınma, başlangıçta yavaş olarak fakat zaman ilerledikçe ivme kazanarak artan bir prosestir. Aslında, kesici takım operasyona alındığı andan itibaren aşınma sürecine girmiş demektir. Aşınma ilerledikçe kesici kuvvetler artar; daha fazla ısı ortaya çıkar, başka bir deyişle aşınma hızlanır. Aşınma ile takımın kesici uçları işlevini kaybeder. Bütün kesici takımlar talaş kaldırma işlemleri sırasında aşınır ve bu aşınma, kesici takım ömrünü tamamlayıncaya kadar sürmektedir. İlk zamanlarda takım ömrü parametresi sadece takımın daha fazla kesme yapmaması olarak ifade edilirdi. Günümüzde yüzey pürüzlülüğü, gözenekliliği, takımın aşınma türü ve takıma gelen kuvvet gibi parametreler takım ömrünü etkilemektedir. Kesici takımın doğru olarak seçilmesi, işleme sırasında maksimum seviyede verimliliğin elde edilmesi için önemlidir. Özellikle kesici malzeme seçimi ve kesme geometrisi en önemlisidir. Takım aşınması kaçınılmazdır ve esasında negatif bir süreç değildir. Takım aşınmasının olup olmaması değil, aşınma olduğunda ne kadar ve hangi tipte meydana geldiği esastır. Takımın aşınması kesici kenar üzerindeki yük faktörlerinin bir kombinasyonunun ürünüdür. Kesici kenar ömrü takım geometrisini değiştirmeye çalışan çeşitli yüklerle saptanır. Aşınma takım-iş parçası-işleme koşulları arasındaki karşılıklı etkileşimin bir sonucudur (Çakır, 1999; Özcan, 2001).

Sert kaplamalar, mükemmel mekanik özellikleri nedeniyle kesici takımlar, döküm kalıpları ve makine elemanlarında aşınmaya karşı koruyucu kaplama olarak yaygın bir

şekilde kullanılmaktadır (Jiang vd., 2017). Aşınmaya ve korozyona karşı dirençli olması nedeniyle sert kaplamaların kullanımı metal işleme endüstrisinde yerleşik bir teknolojidir (Chatterjee vd., 1992).

Bilim dünyasında ve sanayide, birbirleriyle eş çalışan parça yüzeylerinin ince sert film kaplama uygulamalarıyla ilgili araştırma ve geliştirme çalışmaları her geçen gün artmaktadır. Bu çalışmalarda ana malzeme çok büyük değişikliklere maruz bırakılmadan istenilen hedeflere uygun olacak şekilde malzeme yüzeylerinin hazırlanması hedeflenmektedir. Yumuşak ve sert taban malzemeler üzerine kaplanmış ince sert filmler, tribolojik olarak birçok üstünlük sağlamaktadır. Sanayide kullanılan ilk kaplamalar genelde metal kesme ve metal şekil verme takımlarında uygulanmıştır. O zamanlarda kullanılan yüzey kaplama yöntemlerinde işlem sıcaklığının yüksek olması, yüksek sıcaklıktan etkilenmeyen taban malzeme kullanımını mecburi kılmıştır. Ancak daha sonra PVD yönteminin geliştirilmesiyle beraber bu kısıtlama yok olmuş ve birçok farklı uygulama alanında kaplamaların kullanılmasının önündeki engeller ortadan kalkmıştır. Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde yataklar, kesme takımları ya da endüstriyel kalıplar gibi birçok uygulamada kullanılan malzemelerin yüzeylerine uygun koruyucu bir kaplama uygulandığında, bu malzemelerin tribolojik ömürlerinin önemli oranda arttığı gözlenmiştir. Ayrıca vakum teknolojisindeki gelişmeler, daha yüksek adezyona sahip kaplamaların üretilmesine ve kaplama esnasında pek çok parametrenin kontrol edilmesine imkân tanımıştır. Seramik kaplamalar; kalıplar ve kesme takımları üzerine büyütülen başarılı kaplamalardır. Bu kaplamaların yüksek sıcaklıklarda yüksek sertliğe ve düşük iç gerilmelere sahip olmaları, yüzeye tutunma kabiliyetlerini yükseltmekte ve bu sayede aşınmaya karşı direnci de artırmaktadır. Daha dirençli olması kaplanmış takımların kullanım ömürlerinin de önemli oranda artmasına katkıda bulunmaktadır. Uygun kaplama parametreleri kullanılarak malzeme yüzeyine büyütülen sert kaplamalar yüksek aşınma direnci ve düşük sürtünme katsayısı sergiler. Bugüne kadar yapılmış olan pek çok çalışmada ikili (TiN, AlN, ZrN vb.), üçlü (TiAlN, TiCrN vb.), dördü ve çok tabakalı kaplama uygulamaları geliştirilmiştir (Holleck, 1986; Pan vd., 1998).

2.3. Titanyum Nitrür (TiN) Kaplamalar

Sert kaplamaların, mekanik parçaların aşınma direncini geliştirerek ömürlerini uzatan mükemmel bir çözüm olduğu kanıtlanmıştır. Titanyum nitrür (TiN) kaplamalar, sert ve koruyucu kaplamalar olmaları sebebiyle endüstride birçok uygulamada kullanılmıştır (Tiron vd., 2018). Özellikle dişli kesici takımlar, broşlar, şekillendirici kesiciler, freze çakıları gibi birçok takım malzemesinin TiN ile kaplanması, bu uygulamalardaki takım çeliklerinin kullanımında mükemmel performans sağlamıştır (Zhang ve Zhu, 1993). TiN, birçok imalat işleminde belirgin iyileştirmeler sağlar ve metal kesme işlemlerinde kullanılan takımlara uygulandığında özel verimlilik avantajları sunar (Chuan vd., 2012).

TiN, takım ve makine parçalarının tribolojik özelliklerini geliştirmek için yaygın kullanılan kaplamalardır (Pihosh vd., 2005). Yarı iletken cihazlarda difüzyon bariyeri tabakaları olarak, düz panel ekranlar gibi malzemelerin korunmasında ve parlak altın rengi nedeniyle mimaride dekoratif kaplamalar olarak sıkça kullanılır. Bu kaplamalar genellikle yüksek sertlik, düşük sürtünme katsayısı, iyi korozyon, oksidasyon ve aşınma direnci sağlar (Chavda vd., 2016). Ayrıca, TiN, düşük yoğunluk (5.22 g/cm^3) ve yüksek erime noktasına (2930°C) sahiptir (Zhang ve Zhu, 1993).

TiN kaplamalar; PVD, CVD ve iyon demeti destekli kaplama gibi çeşitli yöntemlerle büyütülebilmektedir (Wu vd., 2017).

Bu yöntemlerden, PVD yöntemi ile büyütülmüş kaplamaların fiziksel ve kimyasal özelliklerinin kaplama mikroyapısından güçlü bir şekilde etkilendiği iyi bilinmektedir. Ayrıca sertlik, aşınma direnci, korozyon direnci vb. özelliklerde mikroyapıya bağlıdır. Bununla birlikte, mikroyapı; taban malzeme sıcaklığı, kaplama basıncı, taban malzeme bias voltajı ve taban malzeme iyon-atom oranı gibi pekçok parametre ile değişmektedir (Zhang vd., 2017).

Farklı PVD teknikleri ile yüksek hızlı çelikler üzerine TiN filmlerin uygulanması günümüzde köklü bir teknolojidir. TiN ile kaplanan takımlar kaplamasız olanlarla kıyaslandığında takım ömründe artış gözlemlenmiştir. TiN filmlerin, kaplama

süreçlerine ve koşullarına bağlı olarak farklı mikroyapısal özellikler sergilediği bilinmektedir (Petrov vd., 1989; Carney ve Durham 1999; Chen vd., 2001). Reaktif sıçratma yöntemi ile kaplanmış TiN kaplamalarda, azot kısmi basıncı, mekanik özelliklerin belirlenmesinde önemli bir rol oynar (Musil vd., 1986; Sproul vd., 1989; Yang vd., 2000). Ayrıca, kaplama sırasındaki iyon bombardımanının, TiN kaplamaların mikroyapısını önemli ölçüde değiştirdiği iyi bilinmektedir (Hultman vd., 1987). Genel olarak, TiN kaplamaların mekanik özelliklerini geliştirmek için, kaplama sırasında taban malzemeye bir negatif bias voltajı uygulanır (Takahashi vd., 2000; Zhengyang vd., 2000; Zhitomirsky vd., 2000).

PVD teknikleri ile üretilen TiN kaplamalar genelde (111) tercihli yönlenmesi gösterir. TiN kaplamaların özellikleri, tercihli yönlenmeye sıkı bir şekilde bağlıdır. Takım malzemelerinin aşınma dirençlerinin de TiN kaplamanın yönlenmesine bağlı olduğu ve (111) tercihli yönlenmesine sahip kaplamaların en yüksek aşınma direncine sahip olduğu kanıtlanmıştır (Lim vd., 2002).

PVD yöntemlerinden biri olan olan magnetron sıçratma yöntemi kullanılarak TiN filmlerin büyütülmesi pek çok araştırmacı tarafından çalışılmıştır (Nsongo ve Gillett, 1995; Combadiere ve Machet, 1996; Meng ve dos Santos, 1997; Jones vd., 2000; Vaz vd., 2003; Huang vd., 2005; Huang vd., 2006; Iordanova vd., 2007; Yeh vd., 2008; Bhaduri vd., 2010; Bavadi ve Valedbagi, 2012; Liv d., 2016; Elmkhah vd., 2018).

TiN kaplamanın magnetron sıçratma ile biriktirilmesi, düşük seviyelerde kirlilikler ve çökme hızının kolay kontrolü gibi diğer yöntemlere göre özel avantajlara sahip olduğundan yaygın olarak kullanılmaktadır. Ayrıca bu yöntem çeşitli morfoloji ve kristalografik yapıda ince kaplamaların büyütülmesini de sağlar (Saoula vd., 2009).

TiN kaplama, Kelly vd. (2007) tarafından değişen görev döngülerinde (duty cycle) 20, 50 ve 100 kHz'lik hedef frekanslarında büyütülmüş ve yüksek fiziksel ve tribolojik özellikler elde edilmiştir. Dengesiz magnetron sıçratma yöntemi kullanarak büyütülen kaplamalarda, taban malzeme bias voltajı (Vs) en çok çalışılan kaplama parametresi olmuştur. Rohde vd. (1991; 1992), Vs'nin M2 takım çeliği üzerinde büyütülen TiN

kaplamanın çeşitli fiziksel ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisini incelemiş ve V_s 'nin -75 V'den -135 V'ye artması ile kaplama oranının azaldığını ve daha pürüzlü bir yüzey elde edildiğini rapor etmiştir. Bası gerilmesi de V_s 'nin artışı ile artmıştır. Mikrosertliğin V_s değerinin -75 V'den -85 V'ye çıkmasıyla arttığı, ancak aynı değer V_s -135 V'ye kadar çıktığında azaldığı gözlemlenmiştir. Benzer sonuç Kadlec vd. (1989), Jiang vd. (2004) ve Benegra vd. (2006) tarafından da elde edilmiştir. Tane boyutu artan bias voltajıyla daha küçük hale gelmiştir (Kadlec vd., 1989; Benegra vd., 2006; Guruvenkat ve Mohan, 2002). Geliştirilmiş sertlik, yüzey kalitesi, adezyon, sürtünme katsayısı, aşınma oranı ve geliştirilmiş takım ömrü, darbeli bias voltajı ile kaplanmış TiN kaplama ile elde edilmiştir (Kelly vd., 2007).

Jithin vd. (2018), TiN ince filmleri darbeli dc magnetron sıçratma yöntemini kullanarak farklı taban malzeme sıcaklıklarında sentezlemiş ve yapısal, mekanik ve elektriksel özelliklerini incelemiştir. TiN filmlerin kristalliğinin artan taban malzeme sıcaklığı ile arttığını ve TiN filmin elektriksel direncindeki değişimin, kristal oryantasyonlarındaki değişimin bir sonucu olduğunu rapor etmişlerdir.

Magnetron sıçratma ile kaplanan TiN ince filmlerin yapısal özelliklerine taban malzeme sıcaklığının etkisi Rao vd. (2013) tarafından araştırılmıştır. Sonuç olarak, kaplanmış bütün filmlerin yönlenmiş (200) polikristalin yapıda olduğunu bulmuşlardır. Filmlerin sertlik değerleri ve (111) tekstür katsayısı taban malzeme sıcaklığı ile artmıştır. Bu, TiN filmlerin nanomekanik özelliklerinin taban malzeme sıcaklığı ve kristal oryantasyonunun bir fonksiyonu olduğunu göstermiştir.

2.4. Yüzey Kaplama Metotları

Aşınmaya dayanıklı kaplama üretiminde, sert malzemelerin daha sert veya yumuşak malzemelerin yüzeylerine kaplanması için “fiziksel buhar kaplama” (PVD) ya da “kimyasal buhar kaplama” (CVD) yöntemleri kullanılmaktadır. Bu yöntemlerin kullanımı ile istenilen özellikteki sert kaplamalar hem laboratuvar ölçekli hem de endüstriyel ölçekli olarak üretilmektedir. Uygun bir kaplama yönteminin belirlenmesi fiziksel, kimyasal ve ekonomik açıdan çok sayıda değişkene bağlı olarak yapılmaktadır.

Kullanılacak kaplama tekniđi, kaplama ile taban malzemenin türü, taban malzemenin şekli ve boyutları ayrıca kaplama sırasında meydana gelebilecek ısı yüklemeler gibi faktörler göz önüne alınarak belirlenmektedir (Lalođlu, 2013).

2.4.1. Fiziksel Buhar Kaplama (PVD)

Fiziksel Buhar Kaplama (PVD) prosesleri, katı veya sıvı kaynaktan atom veya molekül şeklinde buharlaşan malzemenin, vakum veya düşük basınçlı gaz (plazma) ortamı boyunca taban malzemeye taşınarak, taban malzeme üzerinde büyüdüđü atomik çökeltme işlemleridir. Tipik olarak, PVD prosesleri, birkaç nanometre ile binlerce nanometre arasındaki kalınlıklarda filmlerin kaplanması için kullanılmaktadır. Bununla birlikte çok katmanlı kaplamalar, dereceli bileşik kaplamalar, çok kalın kaplamalar ve bağımsız yapılar oluşturmak için de kullanılabilirler. Bu proseslerde kullanılan taban malzemeler, basitten karmaşık geometrilere kadar şekil deđiştirebilir. Tipik PVD kaplama oranları, saniyede 10-100 Å'dur (1-10 nanometre).

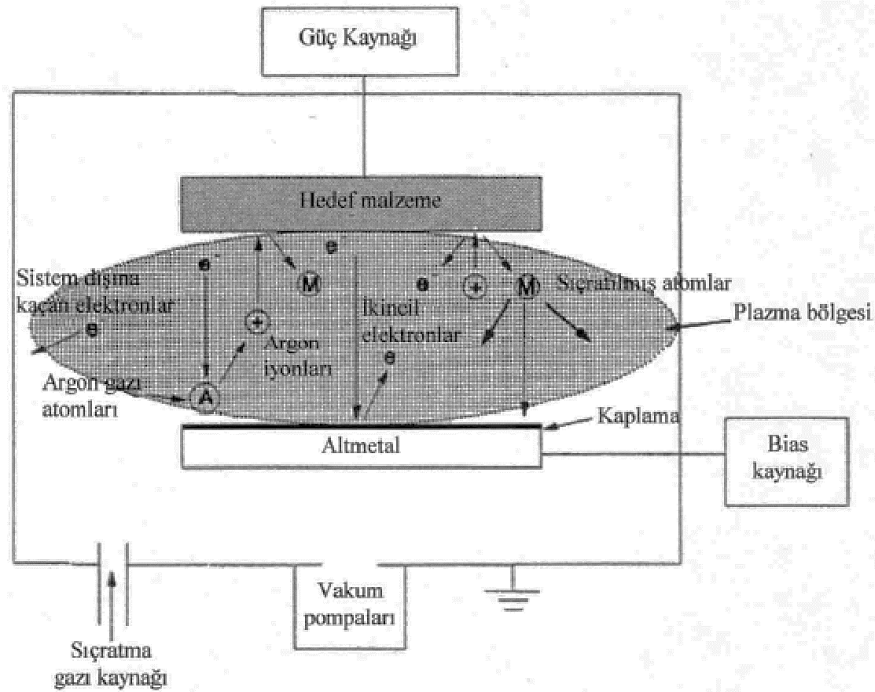
PVD yöntemleri, reaktif kaplama işlemleri kullanılarak elementlerin, alaşımların ve bileşiklerin filmlerini kaplamak için kullanılabilir. Reaktif kaplama işlemlerinde, bileşikler; gaz ortamındaki azot gibi reaktif bir gaz ile kaplama malzemesinin reaksiyonundan (örneğin titanyum nitrür, TiN) veya bileşik bir materyal (örn. Titanyum karbür, TiC) ile oluşturulur (Mattox, 1998).

Üç temel PVD tekniđi bulunmaktadır. Bunlar: biriken atomların kaynađı olarak termal buharlaşmayı kullanan vakum buharlaştırma, biriken atomların kaynađı olarak momentum hareketini kullanan sıçratma kaplama, ve filmin büyümesi ve özelliklerini modifiye etmek için kaplama sırasında eşzamanlı iyon bombardımanı kullanan iyon kaplama yöntemleridir (Mattox, 1992).

2.4.1.1. Sıçratma Yöntemi

Sıçratma işlemi uzun yıllardan beri bilinmektedir ve birçok malzeme bu teknik kullanılarak başarılı bir şekilde biriktirilmiştir (Behrisch, 1981; Townsend, 1976). Temel sıçratma işleminde, bir hedef (veya katot) plakası, hedefin önünde bulunan bir

parıltılı boşaltım plazmasında (glow discharge plasma) üretilen enerjik iyonlar tarafından bombardımana tutulur. Bombardıman işlemi, hedef atomların "sıçratılması" ile hedeften çıkarılmasına neden olur ve daha sonra ince tabaka halinde taban malzeme üzerine (anot) yoğunlaşır (Rossnagel, 1995). Sıçratma işleminde, inert gaz iyonları kullanılarak bu iyonların ortamdaki diğer malzemelerle reaksiyona girmesi engellenir ve yaygın olarak pozitif yüklü argon gazı iyonları kullanılır (Bunshah, 1980). İyon bombardımanının bir sonucu olarak hedef yüzeyden ikincil elektronlar yayılır ve bu elektronlar plazmanın korunmasında önemli bir rol oynar (Behrisch, 1981; Townsend, 1976). Sıçratma sisteminin şematik gösterimi Şekil 2.1'de verilmiştir.



Şekil 2. 1. Sıçratma sisteminin şematik gösterimi (Arnell ve Kelly, 1997)

Bununla birlikte bu işlem, düşük biriktirme oranları, plazmadaki düşük iyonizasyon verimi ve yüksek taban malzeme ısıtma etkileri ile sınırlıdır. Bu sınırlamalar, magnetron sıçratma ve daha yakın zamanlarda dengesiz magnetron sıçratma ile gelişmiştir (Kelly ve Arnell, 2000).

2.4.1.1.1. Magnetron Sıçratma Yöntemi

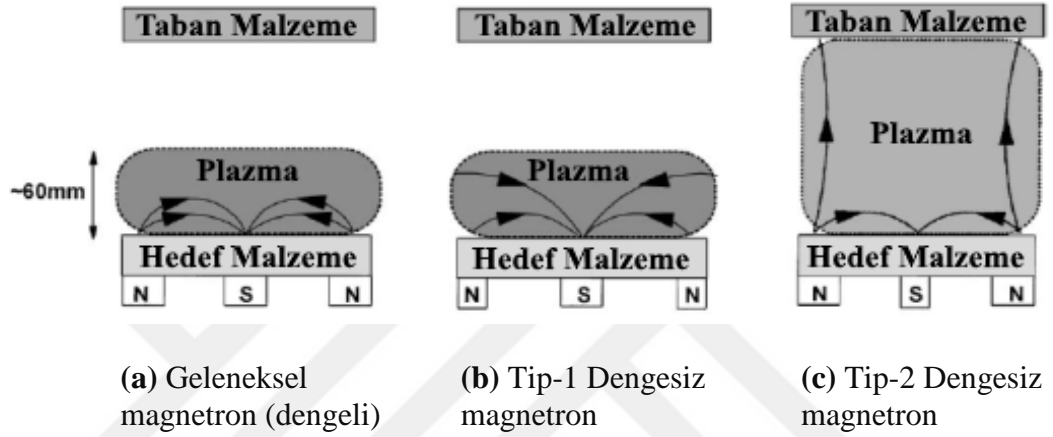
Magnetron sıçratma ince filmlerin fiziksel buhar kaplama yöntemleriyle kaplanmasında en çok tercih edilen metotlardan birisidir. Kullanılmaya başlandığı ilk yıllarda kaplama özellikleri istenildiği gibi olmasa da magnetron sıçratma yönteminde yapılan değişikliklerle günümüzde istenilen özellikte metal, alaşım, seramik, yalıtkan malzemeler ve çok katlı kaplamalar yapmaya olanak sağlamıştır (Cansever, 2001).

Bu yöntemde, hedef yüzeyine paralel yerleştirilerek manyetik alan oluşturan magnetronlar hedefin çevresindeki ikincil elektronları sıkıştırır. Mıknatıslar, bir kutbun hedefin merkezi eksenine konumlandırılacak şekilde düzenlenir ve ikinci kutup hedefin dış kenarı etrafındaki mıknatısların bir halkası tarafından oluşturulur. Elektronların bu şekilde tuzaklanması, elektron atom çarpışmasından oluşan iyonlaşma olasılığını önemli ölçüde artırır. Magnetronun artan iyonlaşma verimi hedef çevresinde yoğun plazmaya sebep olur. Bu, sırayla, hedefin iyon bombardımanının ve yüksek sıçratma oranlarının artmasına yol açar ve bununla birlikte, taban malzemede daha yüksek kaplama oranlarına sebep olur.

Geleneksel (dengeli) magnetron ile dengesiz magnetronun (Şekil 2.2) tasarımdaki farklılıklar çok azdır. Bununla birlikte, iki tip magnetron arasındaki performans farkı çok dikkat çekicidir. Geleneksel magnetronda, plazma, hedef bölgesinde daha yoğundur. Yoğun plazma bölgesi tipik olarak hedef yüzeyden yaklaşık 60 mm'ye uzanır. Bu bölgeye yerleştirilen taban malzemeler üzerinde büyüyen filmler, büyüyen filmin yapısını ve özelliklerini güçlü bir şekilde etkileyebilen eş zamanlı iyon bombardımanına tabi tutulur. Bununla birlikte, bu bölgenin dışına yerleştirilen taban malzemeler, düşük plazma yoğunluğuna sahip bir alanda kalacaktır. Bunun sonucunda, taban malzemeye çekilen iyon akımı (tipik olarak 1 mA/cm^2) filmin yapısını değiştirmek için genellikle yetersizdir ve bombardıman iyonlarının enerjisi, taban malzemeye uygulanan negatif bias voltajın artması ile artırılabilir. Ancak bu durum filmdeki kusurlara ve film gerilmesinin artmasına yol açabilir ve bu nedenle, genel film özelliklerine zarar verebilir. Bu sebeple, geleneksel magnetronlar kullanarak büyük ya

da karmaşık komponentler üzerinde tamamen yoğun ve kusursuz film biriktirmek zordur (Musil ve Kadlec, 1990).

Yüksek iç gerilmeler oluşturmadan yoğun film biriktirmek için, genellikle nispeten düşük enerjili (<100 eV) iyonların yüksek akısı (>2 mA/cm²) tercih edilir (Adibi, 1993). Bu koşullar dengesiz magnetronlar tarafından kolayca sağlanır.



Şekil 2.2. Magnetronlarda gözlemlenen plazma kapanmasının sistematik görünüşü (Kelly ve Arnell, 2000)

3. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu çalışmada, TiN filmler D2 soğuk iş takım çeliği taban malzemeler üzerine kaplanmıştır. D2 soğuk iş takım çeliği taban malzemeler kaplamadan önce sırasıyla 80-220-400-600-800-1200-2000 mesh zımparalar ile $Ra \leq 0,08 \mu\text{m}$ pürüzlülük değerine ulaşıncaya kadar zımparalanmıştır. Zımparalanmış taban malzemeler, zımparalama işleminden sonra taban malzeme yüzeyinde bulunabilecek kirliliklerin (zımparadan veya D2 takım çeliğinden ortaya çıkan partiküllerin taban malzeme yüzeyine gömülü kalması durumu vb.) giderilmesi amacıyla etil alkol içerisinde ultrasonik temizleme cihazı ile 15 dk temizlendikten sonra kurutulmuştur.

TiN filmler magnetron sıçratma cihazı (VAKSIS PVD-MT/2M 2T) (Şekil 3.1) kullanılarak büyütülmüştür. Sistemde 1 adet 99.999% saflıkta Ti hedef ve TiN filmleri elde etmek için azot gazı (N_2) kullanılmıştır.



Şekil 3.1. Sıçratma sistemi

Kaplama anında iyonizasyonu sağlamak amacıyla argon gazı (Ar) kullanılmıştır. Homojen filmler elde etmek için kaplama esnasında taban malzemeler 10 d/dk hızla döndürülmüştür. Taban malzemeler sistem içerisine yerleştirildikten sonra, kaplama öncesi yüzeyindeki kirliliklerin giderilmesi amacıyla taban malzeme yüzeyleri Ar gazı

ile 30 dk boyunca -850 V taban malzeme geriliminde temizlenmiştir. Temizleme işleminin ardından, filmlerin taban malzemeye adezyonunu artırmak için taban malzemeler üzerine 5 dk süre ile Ti aratabaka (2 mTorr (0.26 Pa) çalışma basıncı ve 80 W DC güç kullanılarak) kaplanmıştır. TiN filmler için kullanılan kaplama parametreleri Tablo 3.1’de verilmiştir. TiN filmler 90 dakika kaplanmıştır.

Tablo 3.1. Kaplama parametreleri

Değişken Parametreler		Sabit parametreler
Taban malzeme sıcaklığı (°C)		Çalışma basıncı: 3 mTorr (0.4 Pa)
R1	200	DC güç: 80 W
R2	300	Azot gaz akışı:5 sccm
R3	400	
R4	500	

TiN filmlerin yüzey morfolojileri ve stokiyometrik analizleri FEI Quanta FEG-450 SEM-EDS (Şekil 3.2) sistemi ile belirlenmiştir. Ayrıca, film kalınlıkları kırılmış D2 taban malzemelerin kırılma yüzeylerinden taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı kullanılarak elde edilmiştir.



Şekil 3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

TiN filmlerin kristal yapıları Cu-K α radyasyon kaynaklı Panalytical Empyrean-XRD cihazı (Şekil 3.3) ile $2\theta = 20-80^\circ$ tarama açısında ve $2.0^\circ \text{ dk}^{-1}$ tarama hızında elde edilmiştir. XRD sonuçları ICDD (The International Centre for Diffraction Data) pik dosyaları kullanılarak mukayese edilmiştir.



Şekil 3.3. XRD cihazı

Ayrıca, XRD analizinden tam genişlik yarı maksimum değerleri ölçülmüş ve filmlerin ortalama tane boyutları aşağıdaki eşitlikte verilen Scherrer formülü ile belirlenmiştir. Bu formülde, λ bakır hedefin dalga boyu, β tam genişlik yarı maksimum ve θ kırınım açısıdır.

$$T = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} T = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

TiN filmlerin sertlikleri mikrosertlik test cihazı kullanılarak, Knoop uç ile 10 gf yük altında belirlenmiştir. Her bir filmde 5 ölçüm alınmıştır. TiN filmlerin taban malzemeye adezyonunu belirlemek için CSM-Revetest çizik test cihazı (Şekil 3.4) kullanılmıştır. Adezyon testleri Rockwell-C elmas batıcı uç kullanılarak 10 mm/dk kayma hızında ve 100 N/dk yük altında yapılmıştır.



Şekil 3.4. Çizik test cihazı

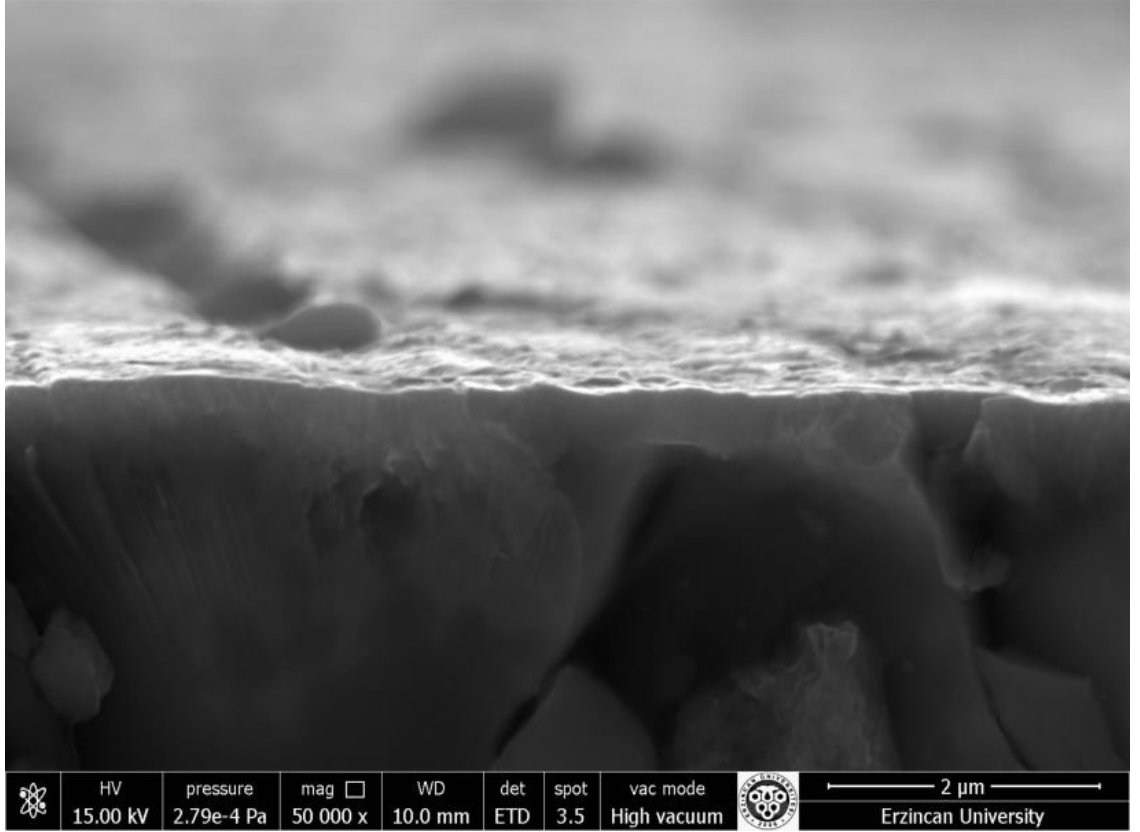
Filmlerin sürtünme katsayısı ve aşınma özellikleri pin-on-disk aşınma test cihazı (Şekil 3.5) kullanılarak belirlenmiştir. Aşınma testleri, 5 mm çaplı Al_2O_3 (alümina) bilye kullanılarak, 1N yük altında, 5 cm/s dönme hızında ve normal atmosfer şartları altında 5 dk süre ile yapılmıştır. Aşınma iz çapı 5 mm'dir. Aşınma hacimleri 3D optik profilometre kullanılarak belirlenmiştir. Ayrıca, aşınmış yüzeyler SEM ile karakterize edilmiştir.



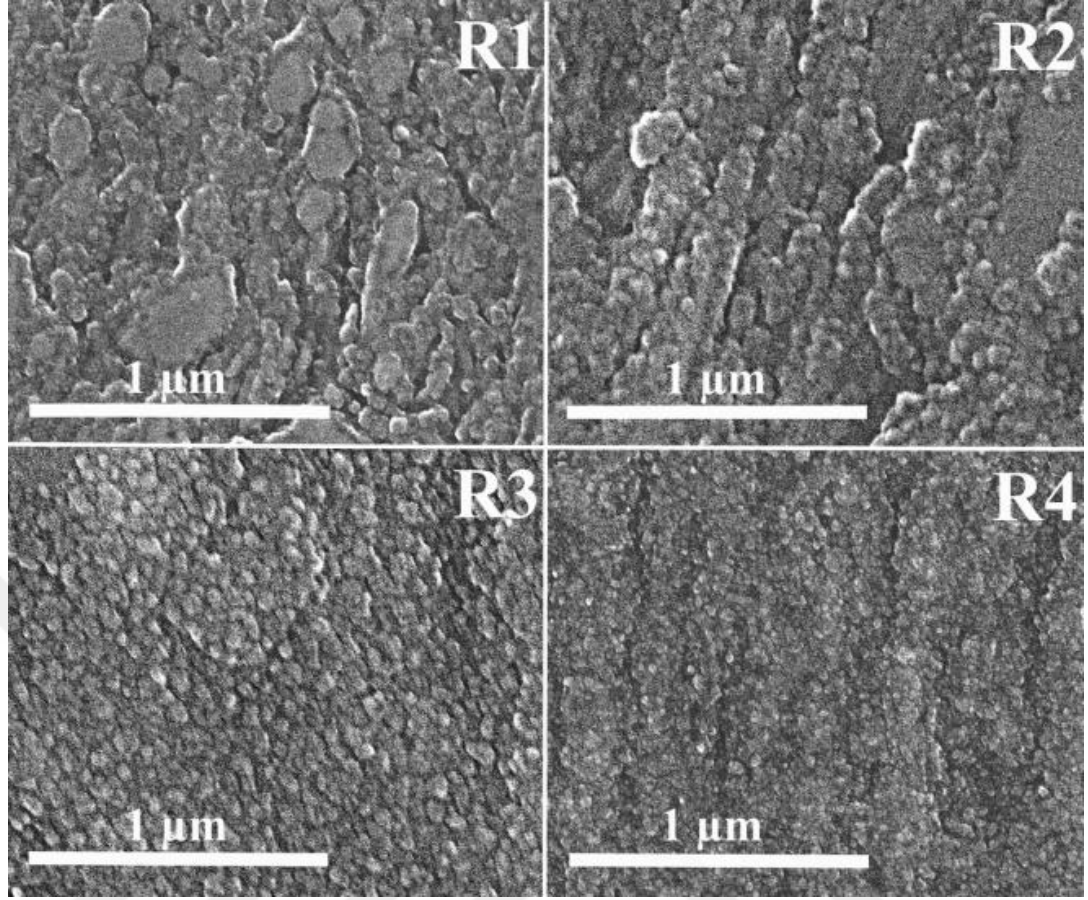
Şekil 3.5. Aşınma test cihazı

4. ARAŞTIRMA BULGULARI

Magnetron sıçratma yöntemi ile D2 soğuk iş takım çeliği üzerine kaplanmış TiN filmin kırılma yüzeyinden elde edilen tipik bir SEM görüntüsü Şekil 4.1’de verilmiştir. Bu çalışma sonucunda T_s/T_m sıcaklığı 0.1-0.24 arasındadır. Thornton (1974) tarafından belirlenmiş yapı zone modeline göre 0.1-0.24 T_m sıcaklığı Zone T bölgesi olan geçiş bölgesi (yarı yoğun) olarak tanımlanmıştır. Bu nedenle bu çalışmada kaplanmış TiN filmler yarı-yoğun bir yapı sergilemiştir. Artan taban malzeme sıcaklığı ile birlikte TiN filmlerin kalınlıkları artmıştır (Tablo 4.1). Ayrıca TiN filmlerin yüzey SEM görüntüleri Şekil 4.2’de verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde, tane boyutunun da artan sıcaklıkla birlikte önemli ölçüde küçüldüğü gözlemlenmiştir (Subramanian vd., 2008). XRD analizleri sonucu elde edilen ortalama tane boyutları Tablo 4.1’de verilmiştir. En yüksek taban malzeme sıcaklığında büyütülen R4 kaplama şartlarında elde edilen TiN filmin tane boyutu en düşüktür.



Şekil 4.1. TiN filmin kırılma yüzeyinden elde edilen tipik SEM görüntüsü



Şekil 4.2. Farklı taban malzeme sıcaklıklarında büyütülmüş TiN filmlerin yüzey morfolojileri

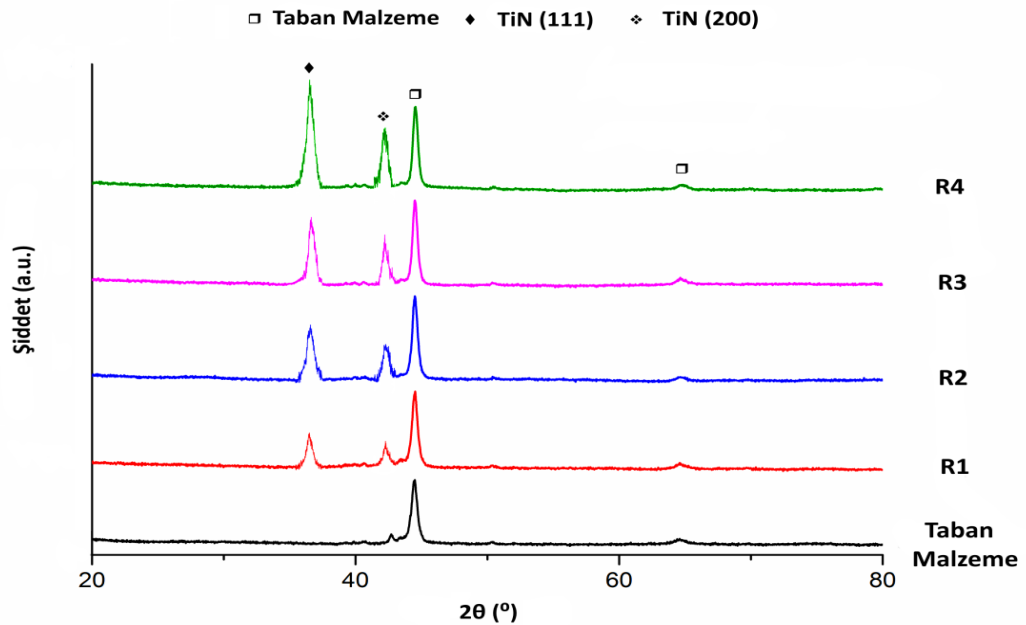
Tablo 4.1. Farklı taban malzeme sıcaklıklarında büyütülen TiN filmlerin kalınlığı, tane boyutu, sertlik değeri ve elementel analiz sonuçları

	Film kalınlığı nm	Tane boyutu nm	Sertlik (GPa)	% atom	
				Ti	N
R1	280	105	9.46	66.25	33.75
R2	340	71	13.23	58.24	41.76
R3	399	39	17.11	52.48	47.52
R4	545	20	23.02	49.36	50.64

XRD analizleri sonucu TiN filmlerin kristal fazları Şekil 4.3’de verilmiştir. TiN filmler TiN (111) ve TiN (200) fazlarını sergilemiştir. Patsalas vd. (2000) taban malzeme sıcaklığının artmasının (oda sıcaklığından 400 °C’ye kadar), termodinamik denge koşullarında kapalı paketlenmiş yapıları teşvik eden adatomların hareketliliğini arttırdığını rapor etmiştir. Bu nedenle, yüksek adatom hareketliliği için TiN filmlerde,

serbest yüzey enerjisinin en düşük olduğu duruma karşılık gelen (200) oryantasyonu boyunca büyüme beklendiğini, öte yandan düşük adatom hareketliliği için tercih edilen yönelimin, birim alan başına çok sayıda atomun düşük enerji alanlarına dahil edilebileceği (111) oryantasyonu olduğunu ve bunun sonucunda filmlerin (111) ve/veya (200) yönelimlerini sergilediğini rapor etmişlerdir. Hibbs vd. (1984) TiN'in kimyasal olarak çok stabil bir bileşik olduğunu ve TiN'in oluşumu sırasında titanyumdan ve azotdan enerjisinden salınımı gerçekleştiğini rapor etmişlerdir. Bu nedenle de TiN filmlerin taban malzeme yüzeyinde büyüdüğü için, adatom hareketliliğini uyarabildiğini belirtmişlerdir. Ayrıca, 0.3Tm'in altındaki sıcaklıklarda, belirli bir oryantasyona sahip yalnızca birkaç sınıra hareket edebildiğini rapor etmişlerdir. Benzer bir durum bu çalışmada da (111) ve (200) fazlarının elde edilmesiyle gözlemlenmiştir.

Bu çalışmada kaplanmış TiN filmlerde (111) fazı tüm kaplamalarda en baskın fazdır. (111) düzlemi taban malzeme yüzeyine paralel, tercihli bir oryantasyondur (Carvalho vd., 2003). Artan taban malzeme sıcaklığıyla birlikte (111) ve (200) fazlarının yoğunlukları artmıştır. Vasu vd. (2011) ve Subramanian vd. (2008) artan sıcaklıkla birlikte artan faz yoğunluğunu rapor etmiştir.



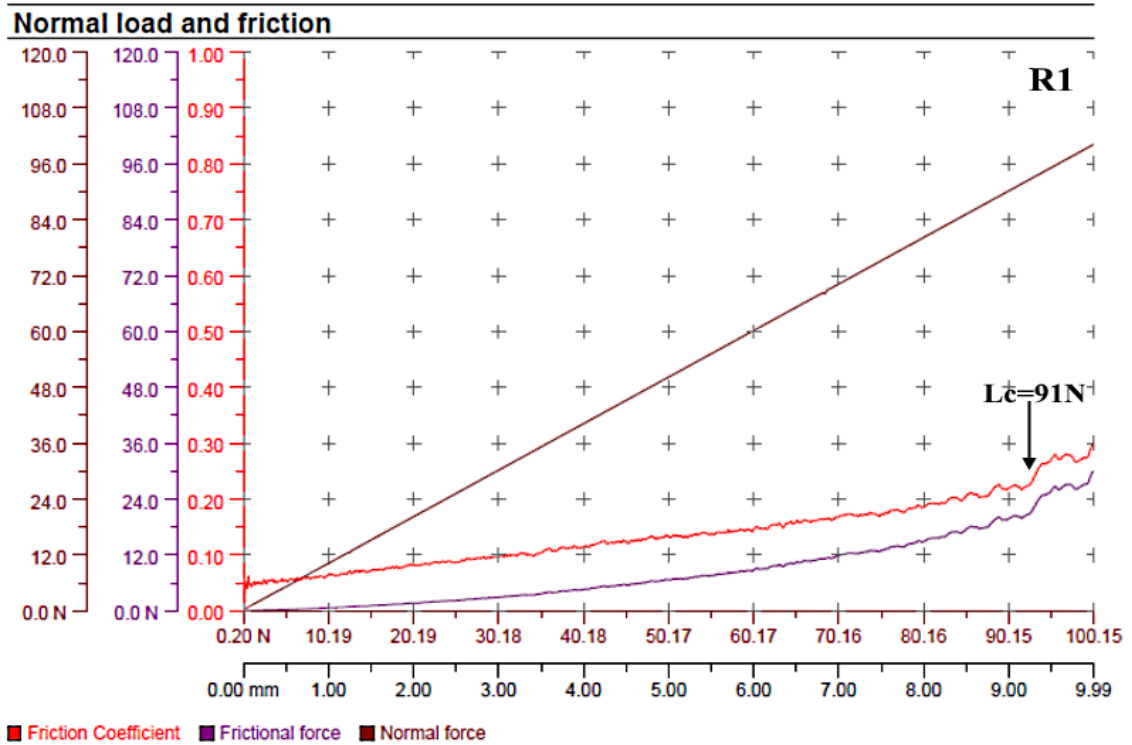
Şekil 4.3. D2 taban malzeme ve farklı taban malzeme sıcaklıklarında büyütülmüş TiN filmlerin XRD grafiği

İnce filmlerin özellikleri, özellikle mikro sertlikleri, kimyasal bileşimlerine, mikroyapılarına, kalınlıklarına önemli ölçüde bağlıdır (Valvoda, 1996). Bu çalışma sonucunda farklı taban malzeme sıcaklıklarında büyütülen TiN filmlerin sertlik değerleri Tablo 4.1’de verilmiştir. D2 soğuk iş takım çeliğinin sertliği 7.5 GPa’dır. Tüm TiN filmler D2 taban malzemenin yüzey sertliğini önemli ölçüde artırmıştır. Ayrıca, artan taban malzeme sıcaklığı ile birlikte TiN filmlerin sertlik değeri önemli ölçüde artmıştır. Hibbs vd. (1984) sertliğin artan taban malzeme sıcaklığıyla arttığını ve bu davranışın, kafes mukavemeti arttıkça malzemenin kuvvetinin arttığı seramik bileşikleri için normal olduğunu rapor etmişlerdir. TiN düşük sıcaklıklarda düşük dislokasyon hareketine sahiptir ve buna göre dislokasyon yoğunluğu sertliğin belirlenmesinde her zaman baskın faktör olmayacaktır. Tane sınırlarının mukavemeti, muhtemelen kontrol faktörüdür; artan taban malzeme sıcaklıkları ile daha "mükemmel" güçlü tane sınırları oluşur ve filmin tane sınırları içindeki deformasyonu daha azdır. Tabii ki, tane sınırlarının mukavemeti arttıkça, dislokasyonlar sertliğin belirlenmesinde giderek daha önemli hale gelecektir.

(111) fazının TiN filmlerde en sert oryantasyon olduğu ve filmlerin sertliği üzerinde önemli bir role sahip olduğu belirtilmiştir (Chen vd., 1998; Chou vd., 2001; Sundgren, 1985). Chawla vd. (2009) küçülen tane boyutunun filmlerin sertliğini artırdığını rapor etmiştir. Ayrıca, TiN filmlerin elementel analizleri ile elde edilen % atom miktarları Tablo 4.1’de verilmiştir. TiN filmlerin azot içeriğinin artan taban malzeme sıcaklığıyla arttığı gözlemlenmiştir. Vaz vd. (2005) artan azot miktarı ile birlikte sertliğin arttığını rapor etmiştir. Ma vd. (2010) film kalınlığının sertliği önemli ölçüde etkilediğini, azalan film kalınlığının penetrasyon derinliğini ve dolayısıyla taban malzeme etkisini artırarak sertlikte önemli bir azalmaya neden olduğunu rapor etmişlerdir. Bu çalışmada da TiN filmlerin kalınlıkları artan taban malzeme sıcaklığı ile artmıştır. Taban malzeme sıcaklığının artması ile artan (111) faz yoğunluğunun, küçülen tane boyutunun, artan azot miktarının ve artan film kalınlığının sertlik üzerindeki etkileri literatür sonuçları ile uyumlu sonuçlar sergilemiştir.

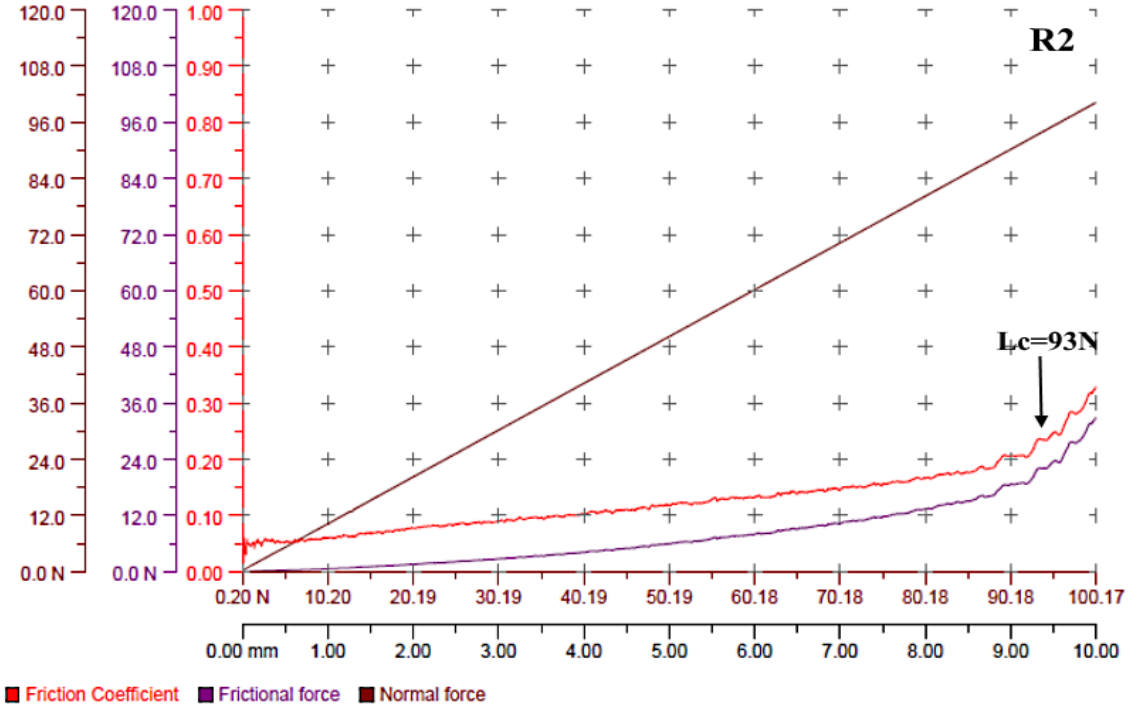
Şekil 4.4-4.7’de D2 soğuk iş takım çeliği üzerine kaplanmış TiN filmlerin çizik (adezyon) testlerinden elde edilen normal yük- sürtünme katsayısı grafikleri verilmiştir.

Ayrıca, TiN filmlerin kritik yük değerleri Tablo 4.2’de verilmiştir. D2 soğuk iş takım çeliği ile TiN filmler arasındaki adezyon, artan taban malzeme sıcaklığı ile artmaktadır. Taban malzeme sıcaklığının artması ile kritik yük değerinin arttığı pek çok çalışmada rapor edilmiştir (Singh vd., 2011; Dharini vd., 2016; Bahador, 2013). Artan taban malzeme sıcaklığı, kaplama-taban malzeme arasında metalürjik olarak bağ oluşumunu güçlendirmektedir (Yin vd., 2015). Ayrıca, artan kaplama sertliğinin de TiN filmlerin kritik yük değerlerinde artmaya sebep olduğu rapor edilmiştir (Aljaroudi vd., 1987). Ali vd. (2009) kaplama yöntemini kullanarak, farklı taban malzemeler üzerine TiN filmleri 150 °C’den 450 °C’ye kadar artan sıcaklarda kaplamış ve taban malzeme sıcaklığının adezyon özellikleri üzerindeki etkisini incelemiştir. Yapılan çalışma sonucunda, yüksek sıcaklıklarda mekanik kilitleme davranışının arttığını ve bunun da sadece sertliği arttırmakla kalmayıp aynı zamanda adezyonu da arttırdığını rapor etmişlerdir.



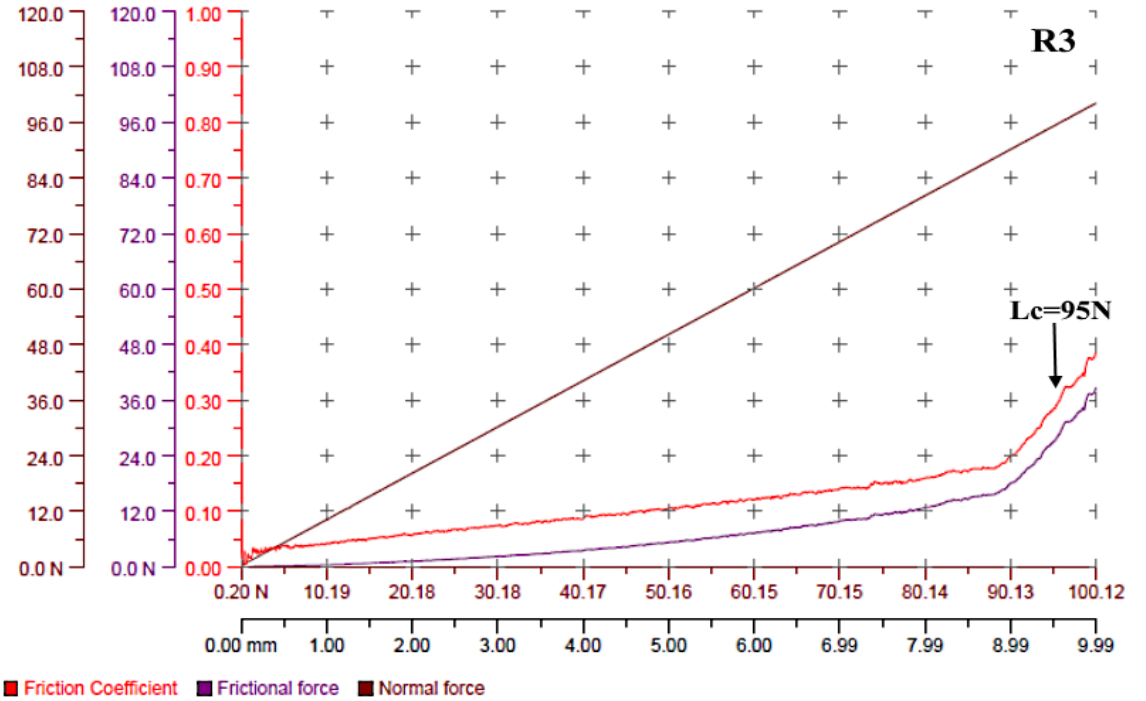
Şekil 4.4. R1 parametreleri ile kaplanmış TiN film için çizik testinden elde edilen normal yük-sürtünme katsayısı grafiği

Normal load and friction

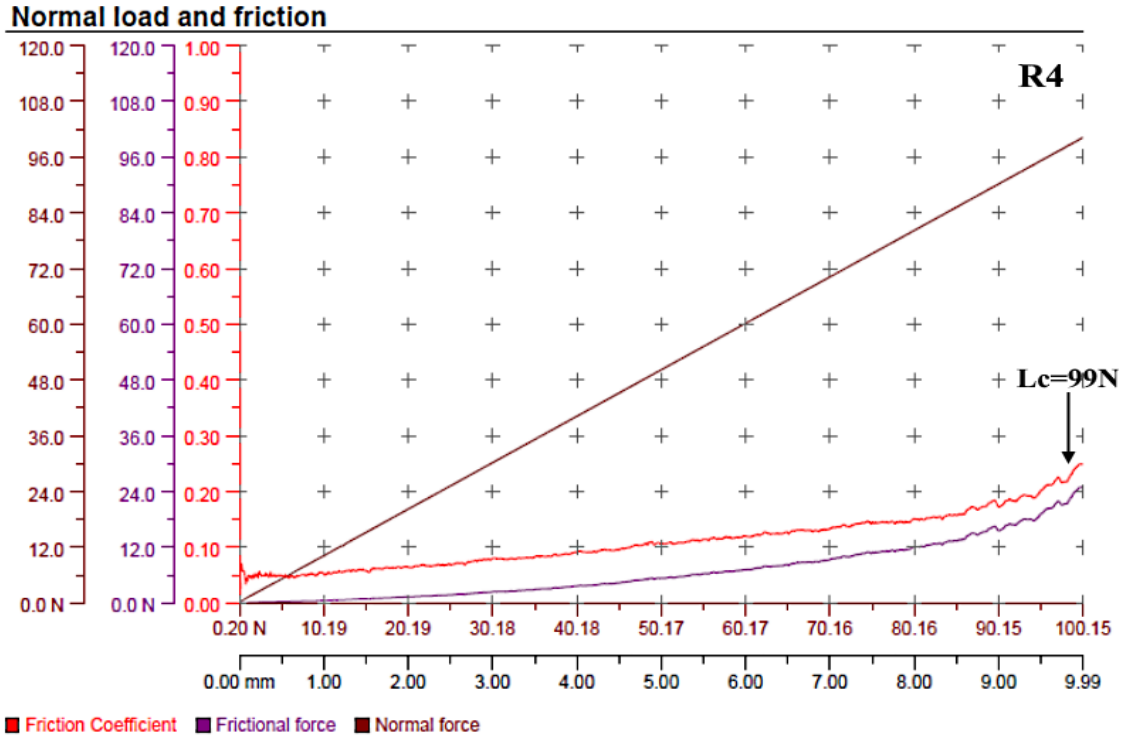


Şekil 4.5. R2 parametreleri ile kaplanmış TiN film için çizik testinden elde edilen normal yük-sürtünme katsayısı grafiği

Normal load and friction

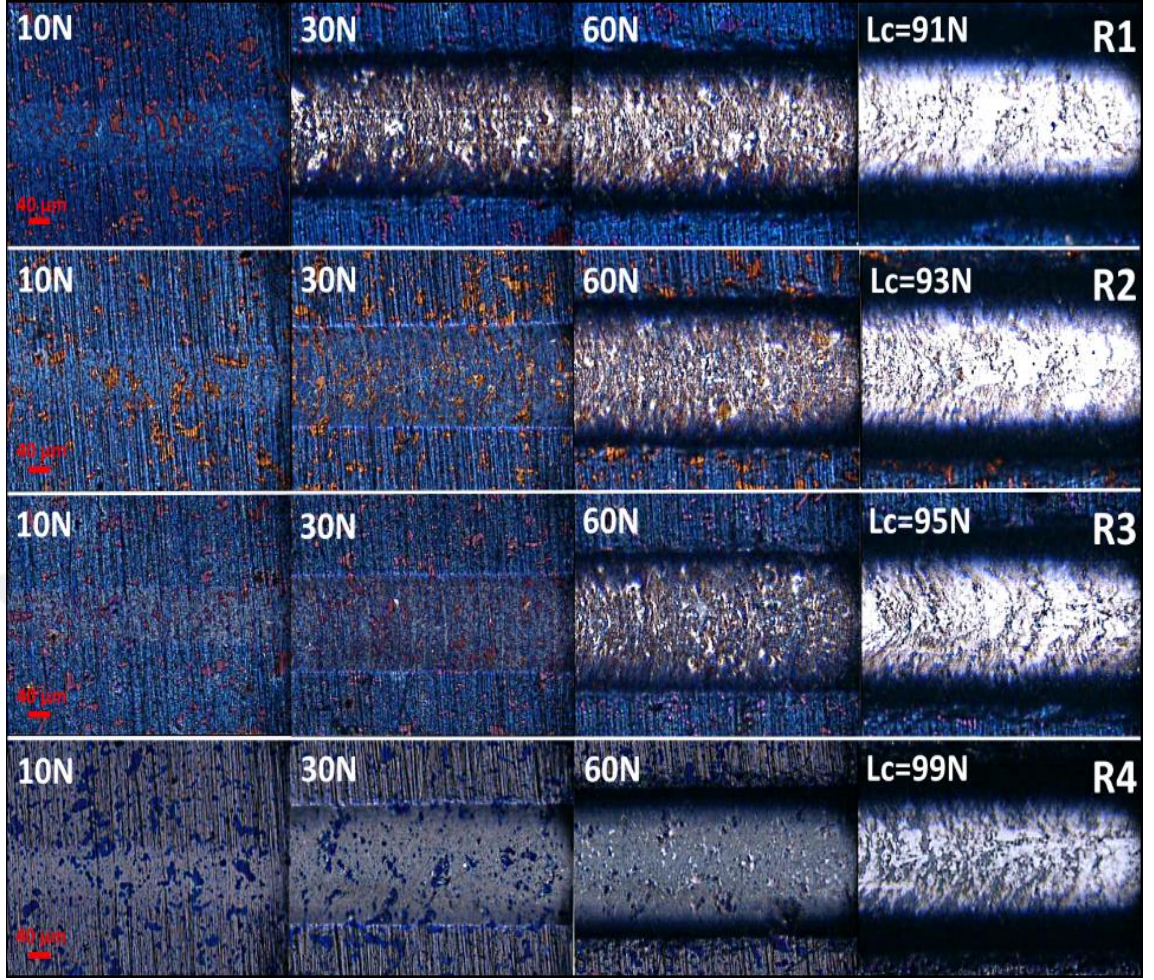


Şekil 4.6. R3 parametreleri ile kaplanmış TiN film için çizik testinden elde edilen normal yük-sürtünme katsayısı grafiği



Şekil 4.7. R4 parametreleri ile kaplanmış TiN film için çizik testinden elde edilen normal yük-sürtünme katsayısı grafiği

Çizik testi sonucu TiN filmlerden elde edilen optik mikroskop görüntüleri Şekil 4.8’de verilmiştir. R1 kaplama parametreleri ile kaplanmış TiN filmde 30N’dan itibaren adeziv kopmalar meydana gelirken, R2, R3 ve R4 parametreleri ile kaplanmış TiN filmlerde 60 N’dan itibaren adeziv kopmalar meydana gelmiştir. Artan taban malzeme sıcaklığıyla birlikte adeziv kopma miktarının azaldığı gözlemlenmiştir. Bu nedenle, R4 parametreleri ile kaplanmış TiN film diğer filmlerle kıyaslandığında, en az adeziv kopma miktarını sergilemiştir.



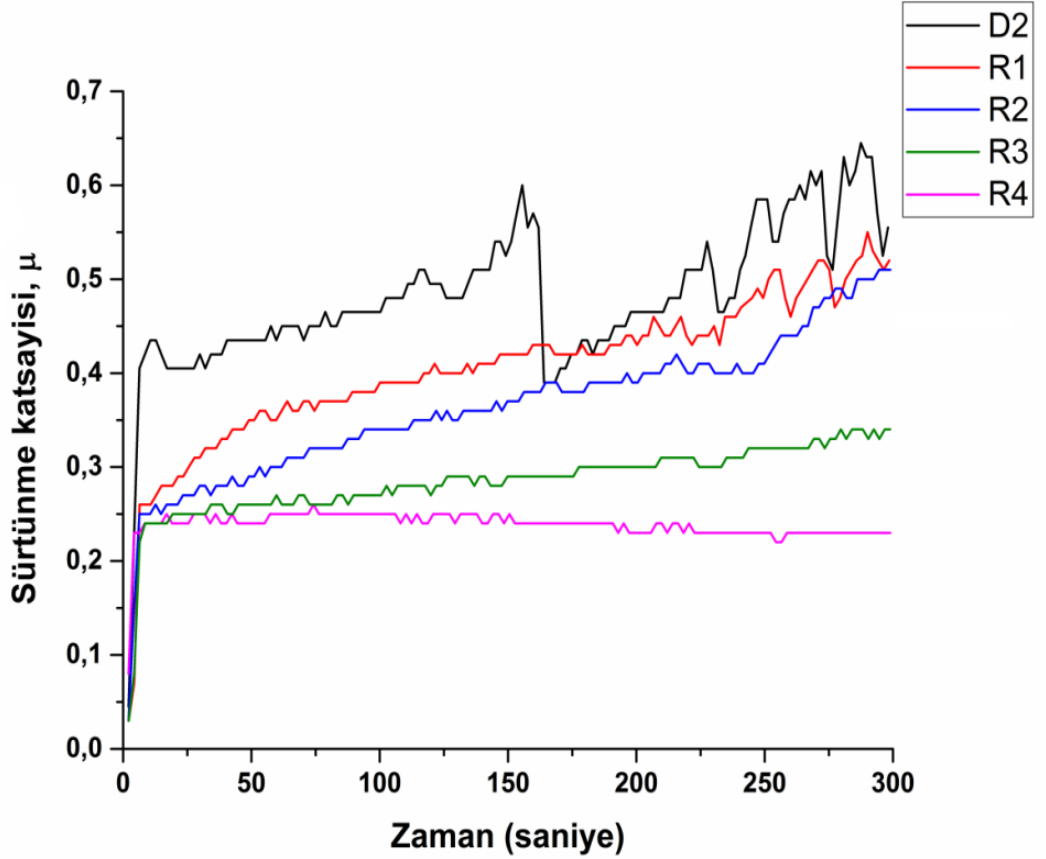
Şekil 4.8. Çizik testleri sonucu TiN filmlerden elde edilen optik mikroskop görüntüleri

Tablo 4.2. D2 soğuk iş takım çeliği ve farklı taban malzeme sıcaklıklarında büyütülmüş TiN filmlerin sürtünme katsayıları, aşınma oranları, kritik yük değerleri ve aşınma iz genişlikleri

	Sürtünme katsayısı, μ	Aşınma oranı (mm^3/Nm)	Kritik yük (Lc) (N)	Aşınma iz genişlikleri (μm)
D2	0.48	$5.4 \cdot 10^{-4}$	-	100
R1	0.41	$2.3 \cdot 10^{-4}$	91	95
R2	0.36	$1.7 \cdot 10^{-4}$	93	90
R3	0.29	$9.5 \cdot 10^{-5}$	95	76
R4	0.24	$1.6 \cdot 10^{-5}$	99	48

D2 soğuk iş takım çeliği üzerine kaplanmış TiN filmlerin aşınma testleri sonucu elde edilen sürtünme katsayısı-zaman grafiği Şekil 4.9'da görülmektedir. Ayrıca sürtünme katsayısı değerleri Tablo 4.2'de verilmiştir. D2 takım çeliği en yüksek sürtünme

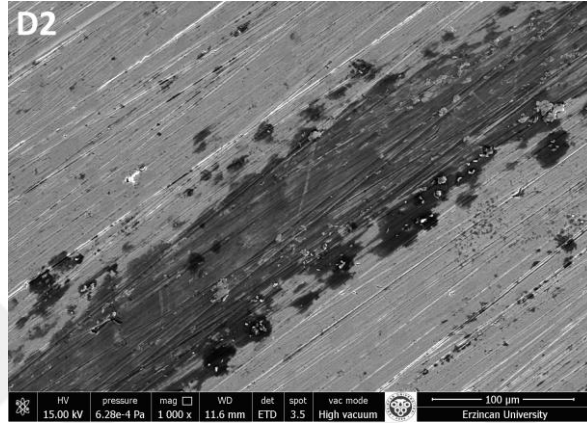
katsayısı deęerini sergilemiřtir. Kaplanmış TiN filmler D2 takım elięinin srtnme katsayısını nemli lde dřrmřtr. Artan taban malzeme sıcaklıęı ile birlikte artan sertlik TiN filmlerin srtnme katsayısını azaltmıřtır (Ma vd., 2015). En dřk srtnme katsayısı (0.24), R4 parametreleri ile kaplanmış TiN filmde elde edilmiřtir.



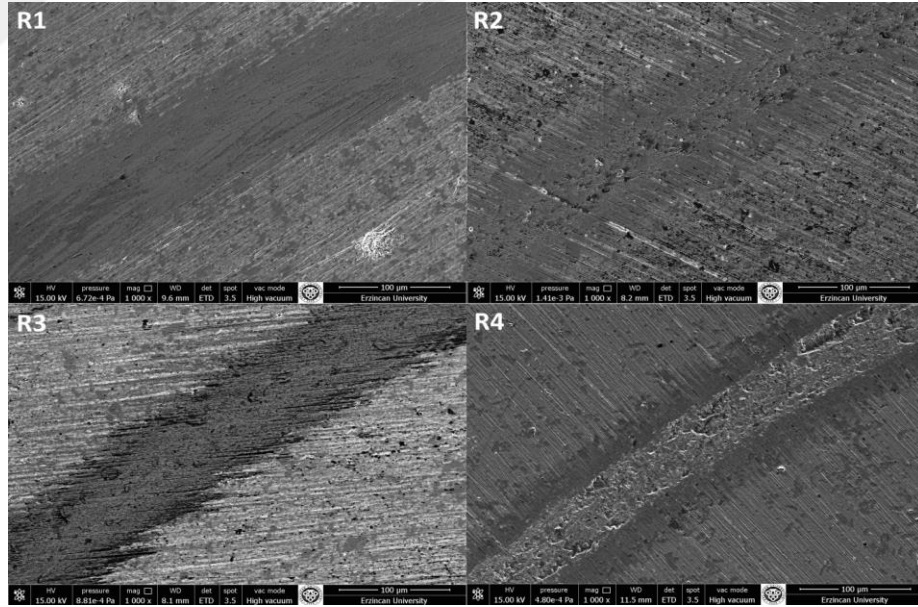
řekil 4.9. D2 takım elięi ve farklı taban malzeme sıcaklıklarında bytlmř TiN filmler iin ařınma testlerinden elde edilen srtnme katsayısı-zaman grafięi

Ařınma testleri sonucu D2 soęuk iř takım elięi ve TiN filmlerin ařınma oranları Tablo 4.2'de verilmiřtir. Ařınma oranlarının srtnme katsayıları ile doęru orantılı olarak deęiřtięi gzlemlenmiřtir. Chavda vd. (2016) azalan srtnme katsayısının dřk ařınma oranına neden olduęunu rapor etmiřtir. Tm TiN filmler D2 soęuk iř takım elięinin ařınma oranını azaltırken, en yksek taban malzeme sıcaklıęında kaplanmış TiN filmler (R4) en dřk ařınma oranını sergilemiřtir.

D2 takım çeliği ve TiN filmler için aşınma yüzeylerinden elde edilen SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 4.10 ve Şekil 4.11’de verilmiştir. Şekil 4.10 incelendiğinde D2 soğuk iş takım çeliğinde önemli ölçüde abraziv aşınma meydana geldiği gözlemlenmiştir. TiN filmlerde ise aşınma sonucu filmlerde incelme meydana gelmiştir (Şekil 4.11). Aşınma iz genişliği artan taban malzeme sıcaklığı ile birlikte önemli ölçüde azalmıştır (Tablo 4.2).



Şekil 4.10. D2 soğuk iş takım çeliği için aşınma yüzeyinden elde edilen SEM görüntüsü



Şekil 4.11. TiN filmler için aşınma yüzeylerinden elde edilen SEM görüntüleri

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada, D2 soğuk iş takım çeliği taban malzemeler üzerine magnetron sıçratma yöntemi kullanılarak farklı taban malzeme sıcaklıklarında TiN filmler kaplanmıştır. Farklı taban malzeme sıcaklarının büyütülen TiN filmlerin yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri üzerindeki etkileri aşağıda kısaca özetlenmiştir:

- Artan taban malzeme sıcaklığı ile TiN filmlerin kalınlıkları artmış ve tane boyutları küçülmüştür.
- En yüksek taban malzeme sıcaklığına sahip R4’de en yüksek film kalınlığı ve en küçük tane boyutu elde edilmiştir.
- XRD grafikleri incelendiğinde TiN filmler TiN (111) ve TiN (200) fazlarını sergilemiştir ve (111) fazının en baskın faz olduğu gözlemlenmiştir.
- Artan taban malzeme sıcaklığı ile birlikte, küçülen tane boyutu, artan (111) faz yoğunluğu ve azot miktarı TiN filmlerin sertliğini artırmıştır.
- Artan taban malzeme sıcaklığı kaplama-taban malzeme arayüzündeki mekanik kilitlenme davranışını artırarak TiN filmlerin adezyonunu iyileştirmiş ve bunun doğrultusunda artan taban malzeme sıcaklığı ile doğru orantılı olarak TiN filmlerin kritik yük değerleri artmıştır.
- TiN filmlerin sürtünme katsayıları ve aşınma oranları artan taban malzeme sıcaklığı ile azalmıştır. D2 takım çeliğinde aşınma testleri sonucu abrasiv aşınma meydana gelirken, TiN filmlerde incelme meydana gelmiştir.
- Yapılan çalışma sonucu elde edilen mekanik ve tribolojik özelliklerin optimizasyonu için Taguchi deney tasarımı kullanılarak farklı taban malzeme sıcaklıklarının etkisinin araştırılması gelecek çalışmalar için önerilmektedir.

KAYNAKLAR

- Adibi, F., Petrov, I., Greene, J.E., Hultman, L. and Sundgren, J.E. (1993) "Effects of high flux low energy (20-100 eV) ion irradiation during deposition on the microstructure and preferred orientation of Ti_{0.5}Al_{0.5}N alloys grown by ultra high vacuum reactive magnetron sputtering", *Journal of Applied Physics*, 73(12), 8580-8590.
- Ali, M., Hamzah, E. and Toff, M. R. M. (2009) "Effect of substrate temperature on the properties of TiN coatings deposited on tool steels using ARC", *International Journal of Precision Technology*, 1(2), 147.
- Aljaroudi, M.Y., Hentzell, H.G.T. and Valli, J. (1987) "The influence of the TiN deposition temperature on the critical load and hardness of hardened steels", *Thin Solid Films*, 154, 425-429.
- Arnell, R.D. and Kelly, P.J. (1997) "Recent Developments in Magnetron Sputtering Systems". Advances in Surface Engineering, Datta P.K. and Burnell-Gray, J.S., Eds., *Royal Society of Chemistry*, II, Cambridge, London, 19-30.
- Bahador, H. (2013) "The effect of substrate temperature of titanium aluminium nitride coating on titanium alloy (Ti-6Al-4V) substrate using PVD method", Master thesis, *Faculty of Mechanical Engineering Universiti Teknologi Malaysia*, Malaysia.
- Bavadi, R. and Valedbagi, S. (2012) "Physical properties of titanium nitride thin film prepared by Dc magnetron sputtering", *Materials Physics and Mechanics*, 15, 167-172.
- Behrisch, R. (1981) "Sputtering by particle bombardment I", *Springer-Verlag Berlin Heidelberg*, Berlin, 47.
- Benegra, M., Lamas, D.G., Fernandez de Rapp, M.E., Mingolo, N., Kunrath, A.O. and Souza, R.M. (2006) "Residual stresses in titanium nitride thin films deposited by direct current and pulsed direct current unbalanced magnetron sputtering", *Thin Solid Films*, 494, 146-150.
- Bhaduri, D., Ghosh, A., Gangopadhyay, S. and Paul, S. (2010) "Effect of target frequency, bias voltage and bias frequency on microstructure and mechanical properties of pulsed DC CFUBM sputtered TiN coating", *Surface and Coatings Technology*, 204, 3684-3697.
- Bunshah, R.F. (1980) "High rate physical vapour deposition processes" in Material Coating Techniques, *Agard Lecture Series No: 106 North Atlantic Treaty Organization*, Hardford House, London, 21-26.

- Bunshah, R.F. (1994) “Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, technology, and applications 2nd ed.”, *Noyes Publications*, Park Ridge, New Jersey, USA, 27-888.
- Cansever, N. (2001) “Manyetik alanda sıçratma yönteminde son gelişmeler”, *Makine ve Mühendis*, Mayıs.
- Carney, C. and Durham, D. (1999) “Optimization of hardness by the control of microwave power in TiN thin film deposited by electron cyclotron resonance assisted sputtering in a nitrogen plasma”, *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 17, 2535.
- Carvalho, N.J.M., Zoestbergen, E., Kooi, B.J. and De Hosson, J.T.M. (2003) “Stress analysis and microstructure of PVD monolayer TiN and multilayer TiN/(Ti,Al)N coatings”, *Thin Solid Films*, 429, 179-189.
- Chatterjee, S., Chandrashekhar, S. and Sudarshan, T. S. (1992) “Deposition processes and metal cutting applications of TiN coatings”, *Journal of Materials Science*, 27(13), 3409-3423.
- Chavda, M.R., Dave, D.P., Chauhan, K.V. and Rawal, S.K. (2016) “Tribological characterization of TiN coatings prepared by sputtering”, *Procedia Technology*, 23, 36-41.
- Chawla, V., Jayaganthan, R. and Chandra, R. (2009) “Microstructural characteristics and mechanical properties of magnetron sputtered nanocrystalline TiN films on glass substrate”, *Bulletin of Materials Science*, 32, 117-123.
- Chen, C.T., Song, Y.C., Yu, G.P. and Huang, J.H. (1998) “Microstructure and hardness of hollow cathode discharge ion-plated titanium nitride film”, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 7, 324-328.
- Chen, Y.M., Yu, G.P. and Huang, J.H. (2001) “Role of process parameters in the texture evolution of TiN films deposited by hollow cathode discharge ion platingtechnol”, *Surface and Coatings Technology*, 141(2-3), 156-163.
- Chou, W.J., Yu, G.P. and Huang, J.H. (2001) “Deposition of TiN thin films on Si(100) by HCD ion plating”, *Surface and Coatings Technology*, 140, 206-214.
- Chuan, S.P., Ghani, J. A., Tomadi, S. H. and Hassan, C. (2012) “Analysis of Ti-base Hard Coating Performance in Machining Process: A Review”, *Journal of Applied Sciences*, 12 (18), 1882-1890.
- Combadiere, L. and Machet, J. (1996) “Reactive magnetron sputtering deposition of TiN films. I. Influence of the substrate temperature on structure, composition and morphology of the films”, *Surface and Coatings Technology*, 88, 17-27.

- Cui, W., Qin, G., Duan, J. and Wang, H. (2017) “A graded nano-TiN coating on biomedical Ti alloy: Low friction coefficient, good bonding and biocompatibility”, *Materials Science and Engineering C: Materials for Biological Applications*, 71, 520-528.
- Çakır, M.C. (1999) “Modern talaşlı imalatın esasları”, *Ceylan Matbaacılık*, Bursa, 57-184.
- Dharini, T., Kuppusami, P., Kamalan Kirubaharan, A. M., Ramaseshan, R., Rabel, A. M. and Dash, S., (2016) “Influence of substrate temperature on the adhesion property of YSZ coatings on inconel718 prepared by EBPVD”, *Advanced Materials Letters*, 7(10), 826-830.
- Elmkhah, H., Attarzadeh, F., Fattah-alhosseini, A. and Kim, K. H. (2018) “Microstructural and electrochemical comparison between TiN coatings deposited through HIPIMS and DCMS techniques”, *Journal of Alloys and Compounds*, 735, 422-429.
- Erdoğan, M. (2000) “Mühendislik Alaşımlarının Yapı ve Özellikleri 1”, *Nobel Yayın Dağıtım* Ankara, 265-274.
- Guruvenkat, S. and Mohan Rao, G. (2002) “Effect of ion bombardment and substrate orientation on structure and properties of titanium nitride films deposited by unbalanced magnetron sputtering” *Journal of Vacuum Science and Technology A*, 20 (3) 678-682.
- Hibbs, M. K., Johansson, B. O., Sundgren J.-E. and Helmersson U. (1984) “Effects of substrate temperature and substrate material on the structure of reactively sputtered TiN Films” *Thin Solid Films*, 22, 15-129.
- Holleck, H., (1986) “Material selection for hard coatings”, *Journal of Vacuum Science and Technology A*, 4 (6), 2661-2669.
- Huang, J.H., Lau, K.W. and Yu, G.P. (2005) “Effect of nitrogen flow rate on structure and properties of nanocrystalline TiN thin films produced by unbalanced magnetron sputtering”, *Surface and Coatings Technology*, 191, 17-24.
- Huang, J.H., Yu, K.J., Sit, P. and Yu, G.P. (2006) “Heat treatment of nanocrystalline TiN films deposited by unbalanced magnetron sputtering”, *Surface and Coatings Technology*, 200, 4291- 4299.
- Hultman, L., Helmersson, U., Barnett, S. A., Sundgren, J. E. and Greene, J. E. (1987) “Low energy ion irradiation during film growth for reducing defect densities in epitaxial TiN(100) films deposited by reactive magnetron sputtering”, *Journal of Applied Physics*, 61 (2), 552-555.
- Iordanova, I., Kelly, P.J., Mirchev, R. and Antonov, V. (2007) “Crystallography of magnetron sputtered TiN coatings on steel substrates”, *Vacuum*, 81, 830-842.

- Jeglitsch, F. (1999) "Tool steels in the next century", *Proceedings of the 5th International Conference on Tooling*, University of Leoben, Leoben, Austria.
- Jeong, S., Lee, J., Lee, S. and Boo, J. (2003) "Deposition of aluminum-doped zinc oxide films by RF magnetron sputtering and study of their structural, electrical and optical properties", *Thin Solid Films*, 435 (1), 78-82.
- Jiang, C.L., Zhu, H.L., Shin, K.S. and Tang, Y.B. (2017) "Influence of titanium interlayer thickness distribution on mechanical properties of Ti/TiN multilayer coatings", *Thin Solid Films*, 632, 97-105.
- Jiang, N., Zhang, H.J., Bao, S.N., Shen, Y.G. and Zhou, Z.F. (2004) "XPS study for reactively sputtered titanium nitride thin films deposited under different substrate bias", *Physica B: Physics of Condensed Matter*, 352 (1-4), 118-126.
- Jithin, M. A., Kolla, Ganapathi, L., Vikram, G. N. V.R., Udayashankar, N. K. and Mohan, S. (2018) "Pulsed DC magnetron sputtered titanium nitride thin films for localized heating applications in MEMS devices" *Sensors and Actuators A: Physical*, 272, 199-205.
- Jones, M.I., McColl, I.R. and Grant, D.M. (2000) "Effect of substrate preparation and deposition conditions on the preferred orientation of TiN coatings deposited by RF reactive sputtering", *Surface and Coatings Technology*, 132, 143-151.
- Kadlec, S., Musil, J., Münz, W.D., Hakanson, G. and Sundgren, J.E. (1989) "Reactive deposition of TiN films using an unbalanced magnetron", *Surface and Coatings Technology*, 39-40 (2), 487-497.
- Kataria, S., Srivastava, S.K., Kumar, P., Srinivas, G., Siju, Khan, J., Rao, D.V.S. and Barshilia, H.C. (2012) "Nanocrystalline TiN coatings with improved toughness deposited by pulsing the nitrogen flow rate", *Surface and Coatings Technology*, 206, 4279-4286.
- Kaya, S., Yilmaz, E., Karacali, H., Cetinkaya, A. and Aktag, A. (2015) "Samarium oxide thin films deposited by reactive sputtering: Effects of sputtering power and substrate temperature on microstructure, morphology and electrical properties", *Materials Science in Semiconductor Processing*, 33, 42-48.
- Kelly, P.J. and Arnell, R.D. (2000) "Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications", *Vacuum*, 56, 159-172.
- Kelly, P.J., vom Braucke, T., Liu, Z., Arnell, R.D. and Doyle, E.D. (2007) "Pulsed DC titanium nitride coatings for improved tribological performance and tool life", *Surface and Coatings Technology*, 202 (4-7), 774-780.
- Laloğlu, Ç. (2013) "CFUBMS tekniği ile kaplanmış TiAlN/TiCrN çok tabakalı filmlerin yapısal, mekanik ve tribolojik özelliklerinin incelenmesi" Yüksek Lisans Tezi, *Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Erzurum.

- Li, H., Liu, Y., Jiang, B., Kan, J. and Liu, Z. (2016) “The structure and toughness of TiN coatings prepared by modulated pulsed power magnetron sputtering”, *Vacuum*, 125, 165-169.
- Lim, S.H.N., McCulloch, D.G., Russo, S., Bilek, M.M.M. and McKenzie, D.R. (2002) “Characterisation of titanium nitride thin films prepared using PVD and a plasma immersion ion implantation system”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 190, 723-727.
- Ma, G., Wang, L., Gao, H., Zhang, J. and Reddyhoff, T. (2015) “The friction coefficient evolution of a TiN coated contact during sliding wear”, *Applied Surface Science*, 345, 109-115.
- Ma, L.W., Cairney, J.M., Hoffman, M.J. and Munroe, P.R. (2010) “Effect of coating thickness on the deformation mechanisms in PVD TiN-coated steel”, *Surface and Coatings Technology*, 204, 1764-1773.
- Mattox, D.M. (1992) “An introduction to physical vapor deposition (PVD) processing”, *American Electroplaters and Surface Finishers Society (AESF SUR/FIN'92)*, 177-184.
- Mattox, D.M. (1998) “Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing-film formation, adhesion, surface preparation and contamination control”, *Noyes Publications*, New Jersey, USA, 31.
- Mbarek, I. B., Chaabouni, F., Selmi, M., Abaab, M. and Rezig, B. (2010) “Effect of the substrate temperature on the properties of the RF sputtered TiO₂ thin films”, *Physica Status Solidi C*, 7(9), 2311-2315.
- Meng, L.J. and dos Santos, M.P. (1997) “Characterization of titanium nitride films prepared by d.c. reactive magnetron sputtering at different nitrogen pressures”, *Surface and Coatings Technology*, 90, 64-70.
- Musil, J. and Kadlec, S. (1990) “Reactive sputtering of TiN films at large substrate to target distances” *Vacuum*, 40 (5), 435-444.
- Musil, J., Bárdoš, L., Rajský, A., Vyskočil, J., Doležal, B., Lončar, G., Daourek, K. and Kubiček, V. (1986) “TiN_x coatings prepared by d.c. reactive magnetron sputtering”, *Thin Solid Films*, 136 (2), 229-239.
- Nsongo, T. and Gillett, M. (1995) “Adhesion characterization of titanium and titanium nitride thin coatings on metals using the scratch test”, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 15, 191-196.
- Özcan, E. (2001) “CNC tezgâhlarda kullanılan kesici takımlarda takım aşınmasının kesme performansına dinamik etkileri”, Doktora Tezi, *Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 168.

- Pan, W. L., Yu, G. P. and Huang, J. H. (1998) "Mechanical properties of ion-plated TiN films on AISI D2 steel", *Surface and Coatings Technology*, 110 (1), 111-119.
- Patsalas, P., Charitidis, C. and Logothetidis, S. (2000) "The effect of substrate temperature and biasing on the mechanical properties and structure of sputtered titanium nitride thin films", *Surface and Coatings Technology*, 125, 335-340.
- Perednis, D. and Gauckler, L.J. (2005) "Thin film deposition using spray pyrolysis", *Journal of Electroceramics*, 14 (2), 103-111.
- Petrov, I., Hultman, L., Helmersson, U., Sundgren, J.-E. and Greene, J.E., (1989) "Microstructure modification of TiN by ion bombardment during reactive sputter deposition", *Thin Solid Films*, 169 (2), 299-314.
- Pihosh, Y., Goto, M., Kasahara, A., Oishi, T. and Tosa, M. (2005) "Influence of reacting nitrogen gas consistence on the properties of TiN films prepared by rf. magnetron sputtering", *Applied Surface Science*, 244(1), 244-247.
- Rao S. P., Rajagopalan R., Feby J., Sitaram D., Ashok Kumar T. and Nukala R. (2013) "Evolution of structure and mechanical properties of TiN films on SS 304LN", *International Journal of Applied Ceramic and Technology*, 10, 45-50.
- Roberts, G., Krauss, G. and Kennedy, R. (1998) "Tool Steels", *ASM International*, Materials Park, Ohio, USA, 1-343
- Rohde, S.L., Hultman, L., Wong, M.S. and Sproul, W.D. (1992) "Dual unbalanced magnetron deposition of TiN films", *Surface and Coatings Technology*, 50 (3), 255-262.
- Rohde, S.L., Sproul, W.D. and Rohde, J. R. (1991) "Correlations of plasma properties and magnetic field characteristics to TiN film properties formed using a dual unbalanced magnetron system", *Journal of Vacuum Science and Technology A*, 9 (3), 1178.
- Rollason, E.C. (1987) "Metallurgy for Engineers", *Butterworth-Heinemann Ltd.*, London, 71-211.
- Rosnagel S.M. (1995) "Sputter Deposition" In Opportunities for Innovation: Advanced Surface Engineering, Sproul, W.D., Legg, K.O., Eds., *Technomic Publishing Company*, Switzerland.
- Saoula, N., Henda, K. and Kesri, R. (2009) "Influence of nitrogen content on the structural and mechanical properties of TiN thin films", *Journal of Plasma and Fusion Research*, 8, 1403-1407.
- Scholl, M. (1997) "Abrasive wear of titanium nitride coatings", *Wear*, 203-204, 57-64.

- Shukla, K., Rane, R., Alphonsa, J., Maity, P. and Mukherjee, S. (2017) “Structural, mechanical and corrosion resistance properties of Ti/TiN bilayers deposited by magnetron sputtering on AISI 316L”, *Surface and Coatings Technology*, 324, 167-174.
- Singh, A., Kuppusami, P., Thirumurugesan, R., Ramaseshan, R., Kamruddin, M., Dash, S., Ganesan, V. and Mohandas, E. (2011) “Study of microstructure and nanomechanical properties of Zr films prepared by pulsed magnetron sputtering”, *Applied Surface Science*, 257(23), 9909-9914.
- Sproul, W.D., Rudnik, P.J. and Graham, M.E. (1989) “The effect of nitrogen partial pressures, deposition rate and substrate bias potential on the hardness and texture of reactively sputtered TiN coatings”, *Surface and Coatings Technology*, 39-40, 355-363.
- Steiner, R. (1990) “Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys”, *ASM International*, Materials Park, Ohio, USA, 1-1063.
- Subramanian, B., Ashok, K. and Jayachandran, M. (2008) “Effect of substrate temperature on the structural properties of magnetron sputtered titanium nitride thin films with brush plated nickel interlayer on mild steel”, *Applied Surface Science*, 255, 2133-2138.
- Sundgren, J.E. (1985) “Structure and properties of TiN coatings”, *Thin Solid Films*, 128, 21-44.
- Şirin, E. (2010) “AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin frezede işlenebilirliğinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 18-61.
- Takadoun, J. and Bennani, H.H. (1997) “Influence of substrate roughness and coating thickness on adhesion, friction and wear TiN films”, *Surface and Coatings Technology*, 96, 272-282.
- Takahashi, T., Masugata, K., Kawai, H., Kontani, S. and Yamamoto, J. (2000) “Surface morphology of TiN films reactively deposited by bias sputtering”, *Vacuum*, 59 (2-3), 777-784.
- Thornton, J. A. (1974) “Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings”, *Journal of Vacuum Science and Technology*, 11 (4), 666-670.
- Tiron, V., Velicu, I.-L., Cristea, D., Lupu, N., Stoian, G. and Munteanu, D. (2018) “Influence of ion-to-neutral flux ratio on the mechanical and tribological properties of TiN coatings deposited by HiPIMS”, *Surface and Coatings Technology*, 352, 690-698.

- Toptop, G.O. (2011) “Yüksek hız takım çeliklerinde uygulanan ısı işlemler ve elde edilen özellikler arasındaki ilişkilerin fiziksel metalurjik yönden incelenmesi ”, Yüksek Lisans Tezi, *YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 11.
- Townsend, P.D., Kelly J.C. and Hartley N.E.W. (1976) “Ion implantation, sputtering and their applications”, *Academic Press*, London.
- Valvoda, V. (1996) “Structure of TiN coatings”, *Surface and Coatings Technology*, 80, 61-65.
- Vasu, K., Krishna, M.G. and Padmanabhan, K.A. (2011) “Substrate-temperature dependent structure and composition variations in RF magnetron sputtered titanium nitride thin films”, *Applied Surface Science*, 257, 3069-3074.
- Vaz, F., Ferreira, J., Ribeiro, E., Rebouta, L., Lanceros-Méndez, S., Mendes, J.A., Alves, E., Goudeau, P., Rivière, J.P., Ribeiro, F., Moutinho, I., Pischow, K. and de Rijk, J. (2005) “Influence of nitrogen content on the structural, mechanical and electrical properties of TiN thin films”, *Surface and Coatings Technology*, 191, 317-323.
- Vaz, F., Machado, P., Rebouta, L., Cerqueira, P., Goudeau, Ph., Riviere, J.P., Alves, E., Pischow, K. and de Rijk, J. (2003) “Mechanical characterization of reactively magnetron-sputtered TiN films”, *Surface and Coatings Technology*, 174-175, 375-382.
- Viale, D., Béguinot, J. and Chenou, F. G. B. (2002) “Optimizing Microstructure for High Toughness Cold-Work Tool Steels”, *6th International Tooling Conference*, Karlstad, Sweden.
- Wu, J., Wu , B.H., Ma, D.L., Xie, D., Wu, Y.P., Chen, C.Z, Li , Y.T., Sun, H., Huang, N. and Leng, Y.X. (2017) “Effects of magnetic field strength and deposition pressure on the properties of TiN films produced by high power pulsed magnetron sputtering (HPPMS)”, *Surface and Coatings Technology*, 315, 258-267.
- Yang, S., Lewis, D.B., Wadsworth, I., Cawley, J., Brooks, J.S. and Münz, W.D. (2000) “Investigation of substoichiometric titanium nitride grown by unbalanced magnetron sputtering”, *Surface and Coatings Technology*, 131 (1–3), 228-233.
- Yasavol N. and Ramalho, A. (2015) “Wear properties of friction stir processed AISI D2 tool steel”, *Tribology International*, 91, 177-183.
- Yeh, T.S., Wu, J.M. and Hu, L.J. (2008) “The properties of TiN thin films deposited by pulsed direct current magnetron sputtering”, *Thin Solid Films*, 516, 7294-7298.

- Yin, S., Suo, X., Xie, Y., Li, W., Lupoi, R. and Liao, H. (2015) "Effect of substrate temperature on interfacial bonding for cold spray of Ni onto Cu", *Journal of Materials Science*, 50 (22), 7448-7457.
- Zhang, S. and Zhu, W. (1993) "TiN coating of tool steels: a review", *Journal of Materials Processing Technology*, 39, 165-177.
- Zhang, X., Zhou, Y. W., Gao, J. B., Zhao, Z. W., Guo, Y. Y., Xie, Z.W. and Kelly, P. (2017) "Effect of the filament discharge current on the microstructure and performance of plasma-enhanced magnetron sputtered TiN coatings", *Journal of Alloys and Compounds*, 725, 877-883.
- Zhang, Z., Bao, C., Yao, W., Ma, S., Zhang, L. And Hou, S. (2011) "Influence of deposition temperature on the crystallinity of Al-doped ZnO thin films at glass substrates prepared by RF magnetron sputtering method", *Superlattices and Microstructures*, 49 (6), 644-653.
- Zhengyang, I., Wubiao, Zh., Yong, Zh., Guiying, I. and Eryan, C. (2000) "Effects of superimposed pulse bias on TiN coating in cathodic arc deposition", *Surface and Coatings Technology*, 131, 158-161.
- Zhitomirsky, V. N., Grimberg, I., Rapoport, L., Boxman, R. L., Travitzky, N. A., Goldsmith, S. and Weiss, B. Z. (2000) "Bias voltage and incidence angle effects on the structure and properties of vacuum arc deposited TiN coatings", *Surface and Coatings Technology*, 133-134, 114-120.



EKLER

Ek-1. Tez Çalışması Süresince Yapılan Akademik Çalışmalar

Baran, Ö., Bilgin, E.E., Kara, L., Keleş, A., Efoglu, I., "Magnetron sıçratma yöntemiyle D2 soğuk iş takım çeliğine kaplanmış TiN kaplamaların adezyon ve tribolojik özelliklerine taban malzeme sıcaklığının etkisi", *1st International Symposium on Light Alloys and Composite Materials*, KARABÜK, TÜRKİYE, 22-24 Mart 2018, pp.182-182



ÖZGEÇMİŞ

1990 yılında Erzincan'da doğdu. İlköğretim, ortaöğretim ve lise öğrenimini Erzincan'da tamamladı. 2009 yılında Elazığ Fırat Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği bölümünü kazandı. 2014 yılında bu bölümden mezun oldu. Lisans mezuniyetinden sonra 2014 yılında Erzincan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalında yüksek lisans öğrenimine başladı. 2014 yılında başladığı Alöz Mühendislikde şantiye şefliği yapmaya devam etmektedir.

