

**Ti-DLC KAPLAMA FİLM SENTEZLENMESİ VE  
TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

**Kaan KURUCU**

**Yüksek Lisans Tezi  
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı  
Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU  
2013  
Her hakkı saklıdır**

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Ti-DLC KAPLAMA FİLM SENTEZLENMESİ VE TRIBOLOJİK  
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

**Kaan KURUCU**

**MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ERZURUM**

**2013**

**Her hakkı saklıdır**



T.C.  
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



TEZ ONAY FORMU

Ti-DLC KAPLAMA FİLM SENTEZLENMESİ ve TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİN  
ARAŞTIRILMASI

Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU danışmanlığında, Kaan KURUCU tarafından hazırlanan bu çalışma 30/01/2013 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak oybirliği ile kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

İmza :

Üye : Prof. Dr. Yaşar TOTİK

İmza :

Üye : Doç. Dr. Ersin ARSLAN

İmza :

Yukarıdaki sonucu onaylıyorum

  
Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU  
Enstitü Müdürü

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

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### Ti-DLC KAPLAMA FİLM SENTEZLENMESİ VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Kaan KURUCU

Atatürk Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

Elmas benzeri karbon (DLC), elmas ve grafit gibi kristal yapıları karbonlarla yarışan birçok üstün özelliklere sahip amorf bir karbon yapısıdır. DLC kaplamalar endüstriyel uygulamalarda aşınma ve korozyona dirençli kaplamalar olarak mükemmel özelliklere sahiptirler. DLC kaplamaların yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri, kaplama yapılırken çalışma parametrelerinin kontrolü ile önemli derecede değiştirilebilir. Bu çalışmada Taguchi  $L_4(3^2)$  deney tasarımı kullanılmış ve DLC filmlere Ti ilave edilerek elde edilen Ti-DLC filmlerin yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri araştırılmıştır. Ti-DLC filmler Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alan Sıçratma (CFUBMS) yöntemi kullanılarak M2 ve cam taban malzemeler üzerine kaplanmıştır.

Sentezlenen kaplamaların kompozisyonları SEM ve XRD cihazları kullanılarak, mekanik özellikleri mikrosertlik test cihazı kullanılarak, tribolojik özellikleri ise bilgisayar kontrollü pin-on-disk sistemi kullanılarak analiz edilmiştir. Sonuç olarak, farklı proses parametreleri ile büyütülmüş Ti-DLC filmler TiCN ve TiN fazlarına sahiptir. R2 ve R4'e ait kaplama parametrelerinde sentezlenen filmler yoğun bir yapı sergilerken, R1 ve R3'e ait kaplama parametrelerinde sentezlenen filmler hem yoğun hem de kolonsal bir yapı sergilemiştir. En düşük sertliğe sahip (6.24 GPa) R3'e ait kaplama parametrelerinde sentezlenmiş Ti-DLC filmler farklı test atmosferlerinde (nemli hava, saf su, yağ) iyi aşınma direnci göstermiştir.

**2013, 46 sayfa**

**Anahtar Kelimeler:** CFUBMS, M2, Ti-DLC, Triboloji

## **ABSTRACT**

Master Thesis

### **SYNTHESIS OF Ti-DLC COATINGS AND INVESTIGATION OF THEIR TRIBOLOGICAL PROPERTIES**

Kaan KURUCU

Atatürk University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Mechanical Engineering

Supervisor: Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

Diamond like carbon (DLC) is an amorphous structure with carbons which is competing with diamond and graphite crystal lattices and has advanced properties. In industrial applications, DLC coatings are applied as wear and corrosion resistant coatings that have excellent properties. Structural, mechanical and tribological properties of DLC coatings could be drastically affected by changing process parameters. In this study Taguchi  $L_4 (3^2)$  experimental design has been used, and Ti has been added to DLC coatings. Structural, mechanical and tribological properties of obtained Ti-DLC coatings have been investigated. Ti-DLC coatings have been coated on M2 and glass substrates using Closed Field Unbalanced Magnetron Sputtering (CFUMBS) method.

Compositions, mechanical properties and tribological properties of the synthesized coatings have been investigated by using SEM and XRD devices, micro hardness tester and computer controlled pin-on-disk system, respectively. Consequently, all Ti-DLC films grown by different process parameters contain TiCN and TiN phases. While the films synthesized at R2 and R4 coating conditions had a dense structure, the ones deposited at R1 and R3 coating conditions had dense and columnar microstructure. Furthermore, the Ti-DLC films deposited with R3 (the one having the least hardness value 6.24GPa) coating conditions showed considerably good wear resistance at different test atmospheres (humid air, pure water and oil).

**2013, 46 pages**

**Keywords:** CFUBMS, M2, Ti-DLC, Tribology

## TEŞEKKÜR

Tezimin başlangıcından bitim aşamasına kadar sabırla beni destekleyen, değerli bilgi ve deneyimleriyle bana yol gösteren tez danışmanım Sayın Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU'na tavsiyeleri ve gösterdiği hoşgörüden dolayı,

İhtiyacım olduğunda her türlü desteğini ve vaktini esirgemeyen Sayın Prof. Dr. Hasan EFEOĞLU'na, Sayın Prof. Dr. Yaşar TOTİK'e ve Sayın Doç. Dr. Ersin ARSLAN'a, Yüksek Lisans eğitimim süresince değerli bilgilerini benden hiçbir zaman esirgemeyen ve kendisinden çok şey öğrendiğim Sayın Yrd. Doç. Dr. Özlem BARAN'a, fikirleriyle çalışmamıza ışık tutan ve manevi desteğini her zaman hissettiğim Sayın Doç. Dr. Fatih YETİM'e, Sayın Arş. Gör. Özgü BAYRAK'a, Sayın Öğr. Gör. Çiğdem ALBAYRAK'a, Sayın Arş. Gör. E. Ebru DEMİRCİ'ye, manevi destekleri ve zor anlarımdaki yardımlarıyla her zaman yanımda olan sevgili arkadaşlarım Sayın Arş. Gör. İlyas HACISALİHOĞLU, Sayın Arş. Gör. Halim KOVACI ve Sayın Erkan ÖZYILMAZ'a

İyi günde ve kötü günde her zaman desteğini ve sevgisini hissettiren, her türlü sıkıntımı paylaşan sevgili nişanlım Gülşah KESKİN'e, bugünlere gelmemde en büyük destekçim olan, hakkını asla ödeyemeyeceğim biricik aileme,

Sevgi, saygı ve tüm içtenliğimle teşekkür ederim.

Kaan KURUCU

Ocak 2013

## İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT .....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ .....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	ix
<b>1. GİRİŞ.....</b>	<b>1</b>
<b>2. KURAMSAL TEMELLER .....</b>	<b>6</b>
2.1. Sert Kaplamalar .....	6
2.2. DLC Kaplamaların Yapı ve Özellikleri.....	6
2.3. Yüzey Kaplama Metotları .....	9
2.3.1. Buhar (Plazma) Fazında Kaplama Teknikleri.....	10
2.3.1.a. Manyetik alanda sıçratma yöntemi .....	10
2.3.1.b. Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemi .....	11
2.3.1.c. Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma.....	12
<b>3. MATERYAL ve YÖNTEM .....</b>	<b>15</b>
3.1. Materyal.....	15
3.2. Kaplama.....	15
3.3. Işık Mikroskobu ve SEM Çalışmaları .....	17
3.4. XRD Çalışmaları .....	18
3.5. Mikrosertlik Ölçümleri.....	19
3.6. Aşınma Deneyleri.....	20
<b>4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA.....</b>	<b>22</b>
4.1. Film Yapısı ve Kalınlığı .....	22
4.2. XRD Sonuçları .....	24
4.3. Mikro Sertlik Sonuçları .....	26
4.4. Aşınma Deneyi Sonuçları.....	29
<b>5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER .....</b>	<b>38</b>
5.1. Sonuçlar.....	38

5.2. Öneriler.....	42
KAYNAKLAR .....	43
ÖZGEÇMİŞ .....	47



## SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

A	Akım Birimi, Amper
A°	Angstrom
<i>f</i>	Frekans, Hertz
$\lambda$	Dalga boyu, nm
$\mu$	Sürtünme Katsayısı
$\theta$	Kırınım Açısı
R <sub>a</sub>	Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü, $\mu\text{m}$
T	Periyot, Saniye
V	Gerilim birimi, Volt

### Kısaltmalar

CFUBMS	Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma
DC	Doğru akım
HV	Vickers Sertliği
Pa	Basınç birimi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskop
XRD	X Işını Kırınımölçer

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. A. Grafit ( $sp^2$ ) ve B. Elmas ( $sp^3$ ) bağları .....	7
Şekil 2.2. Dairesel düzenli manyetik alan.....	11
Şekil 2.3. Dengesiz manyetik alan .....	12
Şekil 2.4. Çiftli manyetik alan sistemlerinde manyetik alan düzeni.....	13
Şekil 2.5. Teer CFUBMS Sistemi.....	14
Şekil 3.1. Teer CFUBMS Sistemi.....	16
Şekil 3.2. Işık mikroskobu .....	17
Şekil 3.3. Taramalı elektron mikroskop (SEM).....	18
Şekil 3.4. X ışını kırınım ölçer.....	19
Şekil 3.5. Mikrosertlik cihazı.....	19
Şekil 3.6. Kullanılan pin-on-disk aşınma cihazı .....	20
Şekil 3.7. Aşınma deneyi sonucunda ortaya çıkan tipik bir izin yüzey profili .....	21
Şekil 4.1. Dört farklı kaplama şartı için üretilen Ti-DLC filmlerin kesit görüntüleri ve kalınlıkları.....	22
Şekil 4.2. Ti ve C hedef akımları ile çalışma basıncının film kalınlığının büyümesine etkisi .....	23
Şekil 4.3. Dört deney şartı için çelik taban malzemeler üzerine büyütülmüş filmlerin XRD sonuçları.....	26
Şekil 4.4. Ti ve C hedef akımları ile çalışma basıncının film sertliğine etkisi .....	28
Şekil 4.5. Ti-DLC kaplamaların üç farklı ortamdaki aşınma deneyleri sonucu elde edilen sürtünme katsayısı-süre ilişkisi .....	30
Şekil 4.6. Üç farklı ortamdaki sürtünme katsayılarının R1, R2, R3 ve R4 için karşılaştırılması .....	31
Şekil 4.7. Ti-DLC filmlerin sürtünme katsayıları ve aşınma oranları arasındaki ilişki ..	33
Şekil 4.8. Nemli hava atmosferinde yapılan aşınma deneyi sonucu elde edilen aşınma oranları üzerinde kaplama parametrelerinin etkisi .....	33
Şekil 4.9. Saf su atmosferinde yapılan aşınma deneyi sonucu elde edilen aşınma oranları üzerinde kaplama parametrelerinin etkisi,.....	34

<b>Şekil 4.10.</b> Farklı atmosferlerde yapılan aşınma deneyleri elde edilen aşınma oranları ile sertlik arasındaki ilişki.....	35
<b>Şekil 4.11.</b> Nemli hava atmosferinde Ti-DLC filmlerin aşınma izi ve pin görüntüleri..	36
<b>Şekil 4.12.</b> Saf su atmosferinde Ti-DLC filmlerin aşınma izi ve pin görüntüleri.....	37

## ÇİZELGELER DİZİNİ

<b>Çizelge 2.1.</b> Elmas, Grafit ve DLC malzemelerin özellikleri .....	8
<b>Çizelge 2.2.</b> Yüzey mühendisliği tekniklerinin genel sınıflandırılması.....	10
<b>Çizelge 3.1.</b> M2 hız çeliğinin (at.%) kimyasal bileşimi.....	15
<b>Çizelge 3.2.</b> Kullanılan parametre ve seviyeler ile deney planı.....	17
<b>Çizelge 3.3.</b> Sürtünme ve aşınma deney parametreleri.....	20
<b>Çizelge 4.1.</b> Ti-DLC filmler ile kaplanmış ve kaplanmamış taban malzemelerden elde edilen mikro sertlik değerleri .....	26
<b>Çizelge 4.2.</b> Farklı aşınma ortamı ve deney şartlarında ölçülen aşınma oranları ve sürtünme katsayıları .....	31

## 1. GİRİŞ

Aşınma makine elemanlarının kullanım dışı kalmasının en önemli sebeplerinden birisidir. Bu nedenle, dünyada her yıl önemli ölçüde ekonomik kayıplar meydana gelmekte ve buna paralel olarak kayıpların önlenmesi için çeşitli tedbirler alınmaktadır.

Malzemede hasar oluşturan sebeplerden olan aşınmaya karşı alınan önlemlerin en başında ise yüzey kaplamalar gelmektedir. Yüzey kaplama yöntemlerinin en önemli avantajı, ucuz bir taban malzeme yüzeyine yapılacak işlemlerle yüzey-ortam etkileşimine dayanan optik, manyetik, elektriksel, termal, kimyasal, korozyon, oksidasyon ve tribolojik gibi mühendislik özelliklerinin istenilen şekilde değiştirilebilmesidir (Yılmaz vd 2009).

Farklı yüzey kaplama yöntemleri ile üretilen sert kaplamalar, düşük sürtünme ve yüksek aşınma direnci ihtiyacını önemli ölçüde karşılamaktadır. Sert kaplamalar, metal ve alaşımlarından elmasa kadar geniş bir malzeme sınıfını kapsamaktadır (Bhushan and Gupta 1991).

Oksitleri, nitrürleri, karbürleri, seramik alaşımları, sermetleri, elmas ve kübik-BN gibi yarı kararlı malzemeleri içeren sert kaplamalar (Bunshah 2001) düşük aşınma sağlamlarının yanı sıra ağır yüklemelere, yüksek hızlara ve yüksek sıcaklıklara uzun zaman periyotlarında, performanslarında hiçbir kayıp yaşamadan dayanma kabiliyetine sahiptirler. Sert kaplamaların yumuşak katı yağlayıcı kaplamalar gibi çok düşük sürtünme katsayılarına sahip olmaları gerekmektedir. Yüksek sıcaklık ve korozif ortam gibi zor çalışma koşullarında aşınma ve korozyona karşı koruma sağlayan sert kaplamalar geniş bir skalada metal ve seramik malzemeleri ihtiva ederler.

Metalik malzemeler üzerine sert kaplamalardan biri olan seramik kaplamalar ( $TiB_2$ ,  $TiN$ ,  $DLC$ ,  $TiC$  vb.) yapılarak abrazif, adhezif ve erozif aşınmaya karşı çok başarılı

sonuçlar elde edilmektedir (Chowdhury *et al.* 2004; Myung *et al.* 2004; Mikami *et al.* 2005). Ayrıca seramik kaplamalar, metalik malzemelerin korozyon dirençlerini arttırması yanında yüksek sıcaklık uygulaması ve enerji tasarrufu gibi amaçlarda da kullanılmaktadır (Yılmaz ve ark. 2009). Birçok sert kaplama buhar fazından elde edilebilmektedir. Buhar kaplama teknikleri; fiziksel buhar kaplama (PVD), kimyasal buhar kaplama (CVD) ve fiziksel-kimyasal buhar kaplama (veya plazma destekli kimyasal buhar kaplama (P-CVD)) olmak üzere üçe ayrılmaktadır (Bhushan and Gupta 1991). Her bir kaplama tekniği çeşitli avantaj ve dezavantajlara sahiptir. Bu yöntemlerden PVD yöntemi son derece fonksiyonel bir yöntemdir. Metal malzemeler, seramikler, alaşımlar, bileşikler ve bazı organik-inorganik yapılar bile PVD teknolojileri aracılığı ile kaplanabilmektedir. PVD yöntemi yüksek sıcaklıkta süper iletken filmlerden çeşitli dekoratif, mühendislik, kimya vb. birçok yerde kullanılmaktadır (Bunshah 2001).

Genellikle, kaplama özellikleri sadece malzeme ve stokiometriye (uygun oransal bileşim) değil, aynı zamanda kaplama parametreleri ile ayarlanabilen kaplama yapısına da bağlıdır (Kelesoglu and Mitterer 1998).

PVD yöntemlerinden biri olan dengesiz manyetik alanda sıçratma, filmin büyümesi sırasında iyon bombardımanının kontrolü için daha fazla esneklik sunar, böylece kaplama özelliklerinin değiştirilebilmesini ve daha da iyileşmesini sağlar (Ye *et al.* 2003).

Yüksek sertlik, yüksek elektriksel direnç, asit ve alkalilere karşı kimyasal duyarsızlık, yüksek elastisite modülü, düşük sürtünme katsayısı, iyi aşınma direnci, iyi adezyon, yüzey düzgünlüğü ve manyetik olmama gibi özellikleri sebebiyle DLC kaplamalara büyük ilgi duyulmaktadır (Wang *et al.* 1999; Chowdhury *et al.* 2004; Myung *et al.* 2004). DLC filmler, elektronik sanayi, dişliler, yataklar ve diğer hareket eden mekanik aksam, otomotiv uygulamaları, optik sanayi, biyotıp protezler ve kesici takımlarda sert kaplama olarak yaygın olarak kullanılmaktadır (Rincon *et al.* 2001; Chowdhury *et al.* 2004; Mikami *et al.* 2005).

DLC kaplamalar (20-30nm kalınlıkta) ince film olarak manyetik disklerde aşınmaya ve korozyona dirençli kaplama olarak kullanılmaktadır. Üretimindeki gelişmeler dolayısıyla elmas ve DLC kaplamalar üstün özelliklerinin üzerine gidildiğinde yük taşıyan parçaların aşınmaya direnci, aşındırıcılar, günümüz yapılarında kullanılan camların yansıtma kaplamaları ve yüksek sıcaklıkta kullanılan ince filmler, yüksek güçlü yarı iletken cihazların ısı transferi gibi geniş yelpazede uygulamalar için ciddi bir potansiyel oluşturmaktadır.

Elmas kaplamaların elde edilmesi amacıyla kimyasal buhar kaplama (CVD), plazma destekli kimyasal buhar kaplama (P-CVD) ve sıcak filamentli CVD yöntemlerine başvurulmuştur. İyon demeti destekli buharlaştırma, sıçratma, iyon kaplama ve plazma destekli kimyasal buhar kaplama (P-CVD) yöntemleri ile üretilen hidrojenli (a-C:H) ve hidrojenli (a-C) amorf karbon kaplamalar çok serttirler ve elmas benzeri karbon (DLC) kaplamalar olarak adlandırılırlar (Bhushan and Gupta 1991). Geleneksel fiziksel buhar kaplama (PVD) yöntemi ile üretilen hidrojenli DLC filmlerin hidrojen içeren DLC filmlerden daha yüksek sertlik, yüksek elastisite modülü ve daha iyi adezyon özellikleri sergilediği, PACVD ile üretilen DLC film içerisinde hidrojen miktarı azaldıkça, filmin sertliğinin arttığı ve yaklaşık %25 hidrojen miktarına kadar sertlik üzerindeki bu etkinin devam ettiği rapor edilmiştir (Kim *et al.* 2005).

Grafitteki baskın bağ olan  $sp^2$  ile elmastaki baskın bağ olan  $sp^3$  bağlı karbon içeren amorf yapıdaki karbon şekli olan DLC filmlerin özellikleri, kaplama mekanizması ile kontrol edilebilen  $sp^3$  bağlarının hacimsel oranı ile ilişkilendirilmiştir (Chowdhury *et al.* 2004). DLC filmlerin bağ yapısı bu filmlerin özellikleri üzerinde büyük bir etkiye sahiptir.  $sp^2/sp^3$  bağ oranı kaplama yöntemi ve/veya şartlarına bağlı olarak değişebilir ve bu yapılar içerisinde yüksek miktarda hidrojen (H) bulunabilir. Bu sebeple, DLC filmlerin tribolojik özellikleri, bir çalışmadan başka bir çalışmaya önemli derecede farklılık gösterebilir (Erdemir *et al.* 1997).

Düzgün yüzeylere sahip olan DLC kaplamalar 0,1'den daha düşük sürtünme katsayıları sergilerler. Bunun yanı sıra,  $sp^3$ 'den  $sp^2$ 'ye faz dönüşümünü tetikleyen sürtünme ile

DLC yüzeyi üzerinde grafit-benzeri bir transfer filmi oluşur, bu transfer filmi de katı yağlayıcı olarak görev yapar. Bu kendiliğinden yağlama olayı, binlerce çevrim devam eder ve DLC'nin çalışma ömrünü büyük ölçüde artırır (Voevodin and Zabinski 1998). Ancak DLC'nin yapısında bulundurduğu yüksek seviyede artık bası gerilmeleri ve taban malzeme ile kimyasal etkileşime karşı duyarsız kalması kaplamanın adezyon gücünü zayıflatır ve hatta yüksek temas yüklerinde kırılıp taban malzemeden ayrılmasına neden olur (Deng and Braun 1996; Voevodin and Zabinski 1998; Rincon *et al.* 2001; Bewilogua *et al.* 2004).

DLC'nin adezyon sorununa çözüm olarak, çelik taban malzeme ile DLC arasına metal (örneğin Ti) ya da silisyum ara tabaka kullanılmıştır. Ara tabaka olarak Ti, Zr, Cu, W, Nb, Si, Cr gibi elementlerin ve WC gibi bileşiklerin kullanılmasıyla DLC filmlerin adezyon ve aşınma özelliklerinde iyileştirme sağlanmaktadır (Wei *et al.* 1999; Bewilogua *et al.* 2000; Yang *et al.* 2000).

Dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi kullanılarak kaplanan DLC filmlerde, Ti/TiN ara tabakası ve  $TiC_xN_y$  geçiş tabakasının kullanılmasının DLC filmler destekleyici olduğu ve DLC ile çelik taban malzeme arasında uyum sağladığı rapor edilmiştir (Wang *et al.* 1999). Ti'un DLC'deki  $sp^3$  bağına bağlandığı ve beraberinde sertliği artırdığı gözlemlenmiş ve böylece nanokompozit kaplamanın düşük sürtünme ve iyi aşınma direnci sergilediği not edilmiştir (Zhang *et al.* 2003). Genellikle, düşük oranda (Me/C oranı~0.3) metal içeren Me-DLC filmlerin, saf DLC filmlerden daha düşük bası gerilmelerine (<1GPa) sahip olduğu, ancak Me-DLC kaplamaların sürtünme katsayılarının saf DLC kaplamalarinkine yakın olmasına rağmen, abrasif aşınma dirençlerinin, saf DLC'ninkinden daha düşük olduğu rapor edilmiştir (Bewilogua *et al.* 2004).

Ayrıca saf DLC filmlerin mekanik özellikleri (özellikle sertlik ve aşınma direnci), hidrojenli metal içeren DLC (Me-C:H) filmlerinkinden çok daha iyidir. Ancak kaplama işleminin verimi pek iyi değildir, çünkü Me-C:H en tanınmış kaplama yöntemlerinden olan PVD ile büyütülebilir (Michler *et al.* 1998). Saf DLC filmleri kaplamak için



kullanılan en yaygın yöntem ise RF-PACVD'dir, fakat bu yöntem sanayi ölçeklerinde son derece güç ve pahalı bir işlemdir (Michler *et al.* 1998; Schenkel *et al.* 2011). Sıçratma yönteminin, diğer kaplama yöntemlerine göre DLC'nin kaplanmasında işlem basitliği ve kontrolü, film homojenliği gibi pek çok üstünlük sergilediği rapor edilmiştir (Myung *et al.* 2004).

Bu çalışmada, CFUBMS (kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma) yöntemi ile AISI M2 taban malzeme üzerine Ti-DLC filmler büyütülmüş ve bu filmlerin yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri araştırılmıştır. Ti-DLC filmler, farklı kaplama parametreleri, farklı metal ve element (Ti ve C) tabaka yapıları ile farklı kaplama şartlarında büyütülmüşlerdir. Ti-DLC filmlerin mekanik özelliklerini belirlemek için mikro sertlik cihazı; film yapısı ve kalınlığın saptanmasında taramalı elektron mikroskop (SEM); kristalografik yönlenmenin araştırılmasında X-ışını kırınım ölçer (XRD) cihazı kullanılmıştır. Aşınma özellikleri üç farklı ortamda (nemli hava, saf su ve yağ) pin-on-disk aşınma cihazı kullanılarak belirlenmiştir.

## 2. KURAMSAL TEMELLER

### 2.1. Sert Kaplamalar

Geleneksel olarak, sert kaplama terimi iyi tribolojik ve mekanik anlamda yüksek sertlik özellikleri sergileyen malzeme anlamına gelmektedir. Sert kaplamaların özellikleri ve çevresel dirençleri, sahip oldukları mikro yapıya, kimyasal bileşime, kusurlara ve kristalografik olarak tercihli yönelmeye bağlı olarak değişmektedir (Bunshah 2001).

Donnet and Erdemir (2004) sert kaplamaları aşağıdaki gibi gruplandırmıştır;

- Karbürler (TiC, WC, CrC gibi)
- Nitrürler (TiN, CrN, ZrN, BN gibi)
- Oksitler (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, ZnO, CdO, Cs<sub>2</sub>O, PbO, Re<sub>2</sub>O<sub>7</sub> gibi)
- Borürler (TiB<sub>2</sub>, ZrB<sub>2</sub> gibi)
- DLC Elmas (a-C, ta-C, a-C:H, ta-C:H, CN<sub>x</sub>, a-C:X (:H), (nc-) elmas)

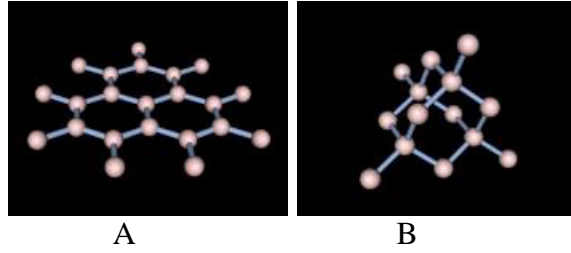
### 2.2. DLC Kaplamaların Yapı ve Özellikleri

Elmas benzeri ince karbon (DLC) kaplamalar oldukça ilgi uyandıran fiziksel, kimyasal ve tribolojik özellikler sayesinde son otuz yıldır birçok araştırmaya konu olmuşlardır (Arslan *et al.* 2012). DLC kaplamaların, elmasa yakın yüksek sertlik, yüksek aşınma direnci, düşük sürtünme, kimyasal kararlılık, düşük termal genleşme, yüksek termal iletkenlik ve yüksek elektriksel direnç gibi olağanüstü özelliklerini ortaya koyan çok geniş literatür bilgisi mevcuttur (Meneve *et al.* 2001; Salvadori *et al.* 2006).

İstenilen bu özellikteki ince elmas filmleri elde etmek için pek çok çalışma yapılmıştır. Ancak elması oluşturmak için basınç ve sıcaklık açısından yüksek şartlar gerekmektedir. Çünkü elmas oda sıcaklığı ve atmosferik şartlarda yarı kararlı bir halde bulunur. Bu durum ince elmas filmlerin üzerlerinde kullanılabileceği yapıları oldukça

sınırlamaktadır (Bülbül 2006). Bu durumu ortadan kaldırabilmek için başka bir ince film tabakası geliştirmeye ihtiyaç duyulmuştur.

Karbonun grafit ve elmas başta olmak üzere birçok allotropu mevcuttur (Özkömür 2008). Karbon allotropları karbon atomlarının birbirlerine farklı şekillerde bağlanması sonucunda ortaya çıkmış ve her biri birbirinden farklı özellikler sergilemişlerdir. Diğer taraftan, hem grafitteki baskın bağ olan  $sp^2$ , hem de elmastaki baskın bağ olan  $sp^3$  bağlı karbon içeren amorf yapıdaki karbon şekline DLC (diamond like carbon - elmas benzeri karbon) denmiştir. Bu kaplamalar, çok kısa aralıklı sıralanmış karakterize elmas ( $sp^3$  tipi dörtyüzlü tetrahedral bağlar) ile karakterize grafitik ( $sp^2$  tipi üç köşeli-trigonal bağlar) fazların birlikte bulunduğu amorf bir yapıdır (Erdemir *et al.* 1997; Kurt 2006). (Şekil 2.1)



**Şekil 2.1.** A. Grafit ( $sp^2$ ) ve B. Elmas ( $sp^3$ ) bağları

Kaplama yöntemine ve/veya parametrelerine bağlı olarak,  $sp^2/sp^3$  bağ oranı değişebilir ve bu yapılar içerisinde yüksek oranda hidrojene rastlanılabilir. Dolayısıyla, DLC filmlerin özellikleri de bu açıdan değişkenlik arz edebilir (Erdemir *et al.* 1997). Elmas, grafit ve DLC'nin özellikleri arasındaki farklar Çizelge 2.1'de görülmektedir (Kurt 2006).

**Çizelge 2.1.** Elmas, Grafit ve DLC malzemelerin özellikleri

	a-C	a-C:H	Grafit	Elmas
Kristal Yapı	Amorf, sp <sup>3</sup> ve sp <sup>2</sup> bağları karışık durumda	Amorf, sp <sup>3</sup> ve sp <sup>2</sup> bağları karışık durumda	Kübik	Hegzagonal
Form	Düzensiz veya pürüzlü	Düzensiz	—	Kristalize
Sertlik (HV)	1200 - 3000	900-3000	—	7000-10000
Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	1,6-2,2	1,2-2,6	2,26	3,51
Elektriksel Direnç (Ω/cm)	>10 <sup>10</sup>	10 <sup>6</sup> -10 <sup>14</sup>	0,4	>10 <sup>16</sup>
Isıl İletkenlik (W/m.K)	—	—	3500	2000
Kimyasal Stabilité	Asal	Asal	Asal	Asal
Hidrojen Oranı (H/C)	—	0,25-1	—	—
Büyütme Oranı (µm/sa)	2	5	—	1000

DLC kaplamaların bir diğér üstün özelliđi de yumuşak kontak lensler, kateterler, kardiyo vasküler ve ortopedik implantlar gibi birçok medikal uygulamalarda tam biyouyumluluk göstermesidir (Dearnaley and Arps 2005).

DLC ince filmlerin bahsedilen olađan üstü özelliklerinin yanı sıra DLC filmlerin kullanımını ve uygulanabilirliğini sınırlayan birçok problem mevcuttur. Bunların başında yüksek iç gerilme ve taban malzemesine bağlanmadaki bazı problemler gelmektedir. Farklı kaplama yaklaşımları kullanılarak adezyon probleminin üstesinden gelinmeye çalışılmıştır. Bunların arasında çok tabakalı kaplama ve taban malzeme ile DLC arasına ara geçiş tabaka uygulaması başta gelmektedir (Wang *et al.* 2005; Ueng *et al.* 2006).

Wei *et al.* (1999), DLC filmlerin içerisine bakır, titanyum ve silikon gibi yabancı elementler katarak mekanik özelliklerini araştırmışlar ve katkılı DLC filmlerin saf DLC filmlere oranla adezyonunun daha iyi ve aşınma dayanımının daha yüksek olmasına karşın, sertliklerinin daha düşük olduğunu açıklamışlardır.

Sonuç olarak elmas benzeri karbon filmlerinin sahip olduđu özellikler ařağıdaki řekilde özetlenebilir (Aisenberg and Chabot 1971; Dearnaley and Arps 2005):

- 1) Elektriksel yalıtkanlık,
- 2) Optik geçirgenlik,
- 3) Termal iletkenlik,
- 4) Kimyasal direnç,
- 5) Yüksek sertlik,
- 6) Taban malzemeye iyi yapışma,
- 7) Düşük yüzey pürüzlülüğü,
- 8) Yüksek aşınma direnci,
- 9) Düşük sürtünme katsayısı.

### **2.3. Yüzey Kaplama Metotları**

Yüzey bir maddeyi çevreleyen, maddenin kendi dışındaki ortamla temasta olan kısmı olarak tanımlandığından, bir maddenin çevre ile olan etkileşimi yüzeyden itibaren meydana gelmektedir. Bu yüzden malzemelerin yüzeyleri tarafından belirlenen özelliklerini bilmek önemlidir. Bu özellikler; sürtünme ve aşınma, korozyon, difüzyon ve yapışma özellikleri, yüzeye bağlı mekanik özellikler (yorulma), dış görünüm ve renkleri olarak özetlenebilir. Sayılan tüm bu özellikleri elde etmek için malzemenin bütünü yerine sadece yüzeyini iyileştirmek teknolojik ve ekonomik açıdan fayda sağlar.

Aşınmaya dayanıklı yüzeyler elde etmek amacıyla malzemelerin yüzeyine sert kaplamalar yapılmaktadır. Bu sert malzemelerin malzeme yüzeyine kaplanması için kaplanacak olan maddenin bulunduğu hale göre sınıflandırma yapılmalıdır (Keleşođlu 2011). Malzeme yüzeylerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin iyileştirilmesine imkân sağlayan yüzey mühendisliđi tekniklerinin sınıflandırılması Çizelge 2.2’de verilmiştir.

**Çizelge 2.2.** Yüzey mühendisliği tekniklerinin genel sınıflandırılması (Holmberg and Matthews 2009).



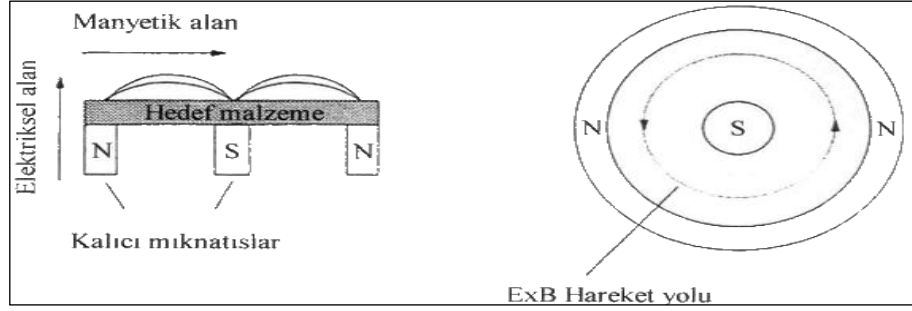
### 2.3.1. Buhar (Plazma) Fazında Kaplama Teknikleri

Buhar fazı prosesleri ile kaplama işlemi gerçekleştirilirken, buhar partiküllerinin kinetik enerjisinden faydalanılır. Buhar fazında yapılan kaplamalar kaplamaya veya taban malzemeye herhangi bir sınırlama getirmeksizin yüksek kalitede kaplamalar elde etmeyi hedefler (Baran 2007). Buhar fazında yapılan kaplama teknikleri, fiziksel buhar kaplama (PVD) ve kimyasal buhar kaplama (CVD) olarak ikiye ayrılır (Bozkurt 2006).

#### 2.3.1.a. Manyetik alanda sıçratma yöntemi

Manyetik alanda sıçratma yöntemi, farklı bileşimde sert kaplamalar biriktirmek için kullanılmaktadır. Bu yöntem önceleri başarılı olamamasına rağmen sistemde yapılan değişiklikler ile en gelişmiş sıçratma sistemi haline gelmiştir. Bu yöntemde hedef malzemesi, su soğutmalı mıknatıs veya elektromıknatıslardan oluşan tutucuların üzerine yerleştirilmektedir. Hedefin merkezi, mıknatısın bir kutbunu oluştururken, İkinci kutbunu ise, hedefin kenarlarına yerleştirilen mıknatıslar oluşturmaktadır. Mıknatısların bu şekilde düzenlenmesindeki amaç elektrik ve manyetik alanların hedef üzerinde birbirine dik olmasını sağlayarak kapalı halka oluşturmaktır. Böylece iyon bombardımanı sonucunda taban malzeme yüzeyinden saçılan ikincil elektronlar, bu

bölgede tutularak iyonizasyonun artmasını ve plazmanın daha yoğun olmasını sağlarlar. Manyetik alanlar dairesel veya dikdörtgen şeklinde düzenlenebilirler. Dairesel düzenli manyetik alanlardaki manyetik alanın şekli ve hareket yolu Şekil 2.2' de gösterilmiştir.



**Şekil 2.2.** Dairesel düzenli manyetik alan

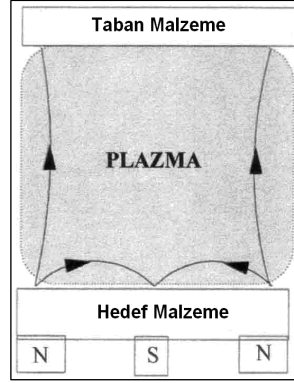
Manyetik alanda sıçratma yöntemleri, dengeli ve dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemleri adı altında iki gruba ayrılır. Bu yöntemler temelde aynı olmasına rağmen, birbirlerinden farklı olmasının nedeni hedef malzeme önünde oluşturulan plazmanın kapanma şeklidir (Kelly *et al.* 1993; Arnell and Kelly 1997; Cansever 2001; Baran 2007).

### 2.3.1.b. Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemi

Karmaşık şekilli parçalar üzerine üniform kaplama yapmak için tek mıknatıs kaynağı kullanmak yerine birden fazla manyetik alan sistemi bir araya getirilerek kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi geliştirilmiştir. Birden fazla mıknatıs kaynağı kullanmak, karmaşık şekilli parçalar üzerine üniform kaplama yapmak için tek mıknatıs kaynağı kullanmaktan daha iyi sonuçların elde edilmesini sağlar.

Böylece taban malzeme mıknatıslar arasında kalarak kaplamanın homojenliği artmış olur (Arnell and Kelly 1999; Cansever 2001; Baran 2007). Bu yöntemde, manyetik alanın dış mıknatısları, merkezdeki mıknatısa göre daha kuvvetli seçilerek plazmanın manyetik alan çizgilerini takip etmesi ve taban malzemeye kadar yayılması sağlanır (Şekil 2.3). Bu şekilde manyetik alanın dengesini bozarak, plazmanın hedef ve taban

malzeme arasında, manyetik alan yardımıyla kapanması sağlanmış olur. Böylece sıçratma sırasında üretilen ikincil elektronların çoğu hedef metalden taban malzemeye doğru giderek iyonizasyon taban malzeme yakınında gelişir ve taban malzeme yüzeyindeki iyon bombardımanının artar (Kelly and Arnell 2000).

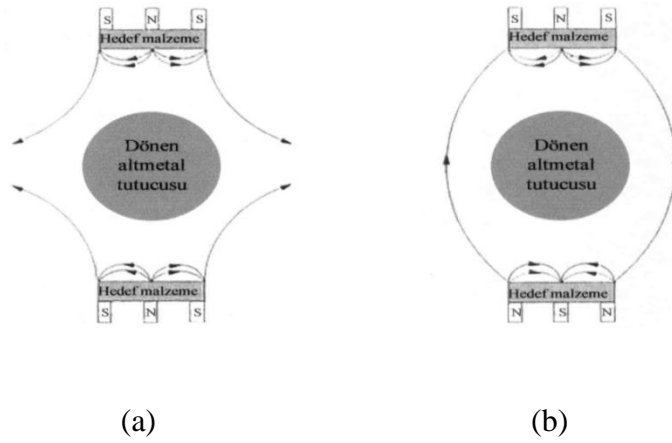


**Şekil 2.3.** Dengesiz manyetik alan

### 2.3.1.c. Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma

İki veya daha fazla manyetik alan kullanılan kapalı alan dengesiz manyetik alan sisteminde, manyetik kapalı alan oluşturabilmek için iki tane dengesiz manyetik alan birbirine ters olarak, (yani aynı kutuplar karşılıklı (ayna görüntüsü) veya zıt kutuplar karşılıklı (kapalı alan) olacak şekilde ) yerleştirilmektedir (Şekil 2.4) (Arnell and Kelly 1999). Aynı kutupların karşılıklı olması durumunda (ayna görüntüsü düzeninde), manyetik alan çizgilerinin yana doğru yayılması sonucu çizgileri takip eden ikincil elektronlar plazmadan kaçabilme imkânı bulmaktadır. Plazmadan kaçan ikincil elektronlar taban malzeme bölgesinde oluşan plazmanın yoğunluğun da düşüğe neden olmaktadır. Buna bağlı birikme sırasında iyon bombardımanının da azalış görülmektedir (Sproul 1996; Cansever 2001). Zıt kutupların karşılıklı olması durumunda (kapalı alan düzeninde) ise, manyetik alan çizgileri mıknatıslar arasında kalır ve böylece kapalı birer tuzak oluşturarak plazma içerisindeki elektronların dışarı kaçma ihtimali azalır. Bu durumda taban malzeme bölgesinde yoğun bir plazma elde edilir ve büyüyen filmin uğrayacağı iyon bombardımanı artırılmış olur (Monaghan and Arnell 1992; Arnell and Kelly 1999).

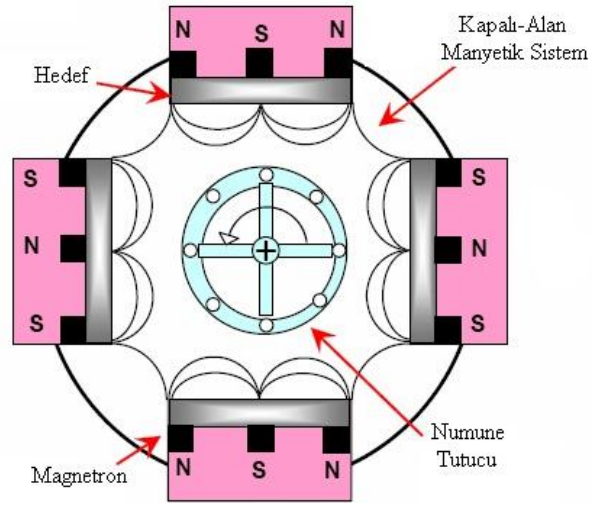




**Şekil 2.4.** Çiftli manyetik alan sistemlerinde manyetik alan düzeni

\* a) Ayna görüntüsü b) Kapalı alan

Manyetik alanda sıçratma yöntemi, neredeyse her tür taban malzeme üzerine metal ve alaşım kaplamanın yanı sıra çok katlı tabakalar, oksit, nitrür ve karbür gibi seramik kaplamaların yüksek birikme hızlarında ve kaliteli yapılabilmesine olanak sağlar. Karmaşık parçalar üzerine titanyum nitrür, alaşım nitrürler, elmas benzeri karbon ve molibden disülfür gibi pek çok kaplama, çoklu manyetik alan düzenleri kullanılarak biriktirilmiştir. Dönen parçanın etrafına dörtlü dengesiz manyetik alan yerleştirilerek homojen bir birikme sağlanmıştır (Şekil 2.5).



**Şekil 2.5.** Teer CFUBMS Sistemi

Bu düzende, manyetik alanın kapanmasını sürekli hale getirerek kapalı alan oluşturmak için komsu manyetik alanlardaki mıknatıslar farklı dizilmişlerdir. Dengesiz manyetik alanda sıçratma yönteminde, taban malzemeye yüksek iyon akımı gönderebilme ve enerjiyi kontrol edebilme yeteneği, bu yöntemi en pratik ve çok yönlü kaplama sistemi yapmıştır (Monaghan and Arnell 1992; Arnell 1993; Sproul 1996; Musil 1998; Arnell and Kelly 1999; Cansever 2001; Bülbül 2006; Baran 2007).

### 3. MATERYAL ve YÖNTEM

#### 3.1. Materyal

Bu çalışmada Me-DLC kaplamaların yapısal, mekanik ve tribolojik özelliklerinin araştırılması amacıyla taban malzeme olarak AISI M2 yüksek hız çeliği ve cam levhalar kullanılmıştır.

AISI M2 yüksek hız çeliği genellikle, matkaplarda, delici-kesici takımlarda, zımbalama, öğütücülerde, frezelemede, kağıt kesme-parçalama, şekillendirme ve presleme gibi soğuk iş uygulamalarında takım olarak kullanılan yüksek hız çeliğidir. Çizelge 3.1'de AISI M2 çeliğinin kimyasal bileşimleri verilmiştir.

**Çizelge 3.1.** M2 hız çeliğinin (at.%) Kimyasal Bileşimi

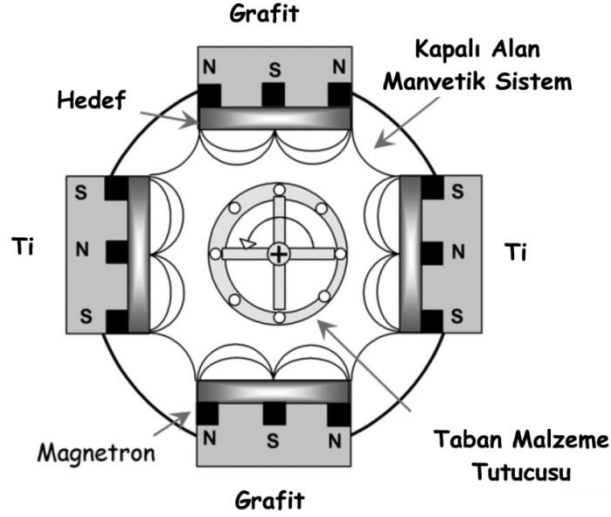
AISI M2	C	Cr	Mo	V	W
at.%	0,9	4,1	5,0	1,8	6,4

Taban malzemeler, kalın taneli zımparadan ince taneli zımparaya doğru sırasıyla 220, 400, 600, 800 ve 1200 mesh SiC zımparalar ile kaba parlatılmaya tabi tutulduktan sonra,  $Ra \leq 0,1 \mu\text{m}$  pürüzlülük değerine ulaşmaya kadar  $0,05 \mu\text{m}$  tane boyutundaki  $\alpha$ -alüminalar ile ince parlatma işlemi yapılmıştır.

#### 3.2. Kaplama

Cam ve çelik taban malzemelerin Ti-DLC filmler ile kaplanması için Teer Coatings Şirketi (Teer UK Patent 1991) patentli Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alan Sıçratma (CFUBMS) sistemi (Şekil 3.1) kullanılmıştır. Ti-DLC kaplamalar için deney planı, Taguchi deneysel tasarım yöntemine göre belirlendi. Her bir deney için  $L_4(3^2)$  ortogonal serisine göre seçilen deney planı ile parametre ve seviyeleri Çizelge 3.2'de gösterilmiştir. Hedefler arasında dönen AISI M2 taban malzemeler ve cam levhaların

üzerlerine Ti-DLC filmler, kapalı alan dengesiz manyetik alan sıçratma yöntemi ile büyütülmüştür.



**Şekil 3.1.** Teer CFUBMS Sistemi

Kaplama işleminden önce numuneler, etil alkol içerisinde ultrasonik temizleme, daha sonra %2 Nital çözeltisi ile kimyasal dağlama ve kurutma süreçlerinden geçirilmiş ve PVD sistemi içerisine yerleştirilmiştir.

Kaplama kalınlığı ve kimyasal bileşimin üniform olması için taban malzemeler döndürülmüştür. Sistem içerisine iki C ve iki Ti hedef yerleştirilmiştir. Ti-DLC filmler büyütülmeden önce sistem içerisine yerleştirilen cam ve çelik taban malzemelerdeki muhtemel kirliliklerini giderilmesi ve kaplama adezyonunun iyileştirilmesi amacıyla, kaplama öncesinde 20 dakika iyonla temizleme (ion cleaning) işlemine tabi tutulmuştur.

Metal ilaveli DLC kaplamaların büyütülmesi sürecinde Ti ve C katı hedeflerden sıçratma yapılmış ve iyonlaşma gazı argon kullanılmıştır. Filmlerin yük taşıma kapasitesini, oksidasyona direncini ve adezyon özelliklerini iyileştirmek için 5 dakika titanyum ara tabakası kaplanmıştır (Bewilogua *et al.* 2000). Yoğun, düşük gerilmeli, tok ve üniform bir film yapısı ve arksız kararlı bir kaplama süreci elde etmek için taban

malzemelere -90 V deęerinde bias gerilim verilmiř ve toplam 75 dakika kaplama yapılmıřtır.

**Çizelge 3.2.** Kullanılan parametre ve seviyeler ile deney planı

Parametreler		Seviyeler	
		1	2
Çalıřma basıncı (Pa)		1,5	2
Taban malzeme gerilimi (-V)		90	
Magnetron akımları (A)	C	1	1,5
	Ti	0,5	1
Deney No	Parametre Seviyeleri		
	Ç.basıncı (Pa)	C (A)	Ti (A)
Run 1	1,3	1	0,5
Run 2	1,3	1,5	1
Run 3	2,6	1	1
Run 4	2,6	1,5	0,5

\*TiN filmler için azot akıř oranı at.%15, TiCN filmler için azot akıř oranı at.%10' dur.

### 3.3. Iřık Mikroskobu ve SEM Çalıřmaları

Çelik taban malzemelerin kaba ve ince parlatılması sırasında yüzey yapısının incelenmesinde Őekil 3.2'deki iřık mikroskobu kullanılmıřtır.



**Őekil 3.2.** Iřık mikroskobu

AISI M2 taban malzemeler ve cam levhalar üzerine kaplanmış Ti-DLC filmlerin her bir deney için film mikroyapısı, film kalınlıklarının tespiti, pin-on disk ařınma testlerinde

kullanılan topların yüzeylerinde oluşan transfer filminin ve aşınma testleri sonucunda Ti-DLC filmlerde oluşan aşınma izlerinin incelenmesinde Taramalı elektron mikroskop (SEM-Jeol 6400, Şekil 3.3) kullanılmıştır.



**Şekil 3.3.** Taramalı elektron mikroskop (SEM)

### 3.4. XRD Çalışmaları

AISI M2 çelik taban malzeme üzerine, kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma yöntemi ile büyütülen Ti-DLC filmlerin kristalografik yönlenmelerin tespitinde,  $\lambda=1.5405 \text{ \AA}$  (0,154 nm) dalga boyuna sahip Cu-K $\alpha$  kaynaklı Rigaku-2000D/Max XRD (X ışını kırınım ölçer, Şekil 3.4) cihazı kullanılmış olup, çalışma şartları olarak 3°-110° tarama açısı aralığında, 2 derece/dak tarama hızında, 0.01° tarama adımında ve 20mA-40kV enerji değerlerinde analizler yapılmıştır. Filmlerden elde edilen grafikler, XRD cihazını kontrol eden bilgisayarda mevcut standart JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pik listeleri ile karşılaştırılarak değerlendirilmiştir.



Şekil 3.4. X ışını kırınım ölçer

### 3.5. Mikrosertlik Ölçümleri

AISI M2 çelik taban malzemeler üzerine büyütülen Ti-DLC filmlerin mikro sertlik ölçümleri, tepe açısı  $136^\circ$  olan elmas kare piramit uç ile Buehler Micromet 2001 Mikro sertlik cihazı (Şekil 3.5) kullanılarak yapılmıştır.  $136^\circ$  tepe açılı Vickers elmas kare piramit uç, 10 gf'lık bir yükte 10 s süreyle film yüzeyine statik yük uygulanarak yüzeyde deformasyon izleri oluşturuldu ve meydana gelen izlerin köşegen uzunlukları optik mikroskop ve bir CCD kamera ile izlenerek ortalaması alınıp  $HV=1,854*(P/D^2)$  (HV; Vickers Sertliği, P; Yük, D; Köşegen uzunluklarının ortalaması) formülünde yerine konularak kaplama sertliği Vickers cinsinden hesaplandı.



Şekil 3.5. Mikrosertlik cihazı

### 3.6. Aşınma Deneyleri

AISI M2 çelik taban malzemeler üzerine büyütülmüş olan Ti-DLC filmlerin tribolojik özelliklerini belirlemek amacıyla bilgisayar kontrollü Teer POD-2 pin-on-disk aşınma cihazı (Şekil 3.6) kullanılmıştır. Dört farklı kaplama şartı için üretilen Ti-DLC filmlerin sürtünme ve aşınma özelliklerini belirleyebilmek için, bağıl nemi yaklaşık  $\%45\pm5$  olan nemli hava, 120 ml saf su ve 120 ml Castrol Magnetec 10W/40 motor yağı olmak üzere üç farklı atmosfer şartında tribotest deneyleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan tüm deneyler kayma kontakta 5mm çapında WC-Co bilyalar kullanılarak, 100dev/dak dönme hızında, 2N normal yükte ve 1200s süre zarfında yapılmıştır. Sürtünme ve aşınma deney parametreleri Çizelge 3.3’de verilmiştir.

**Çizelge 3.3.** Sürtünme ve aşınma deney parametreleri

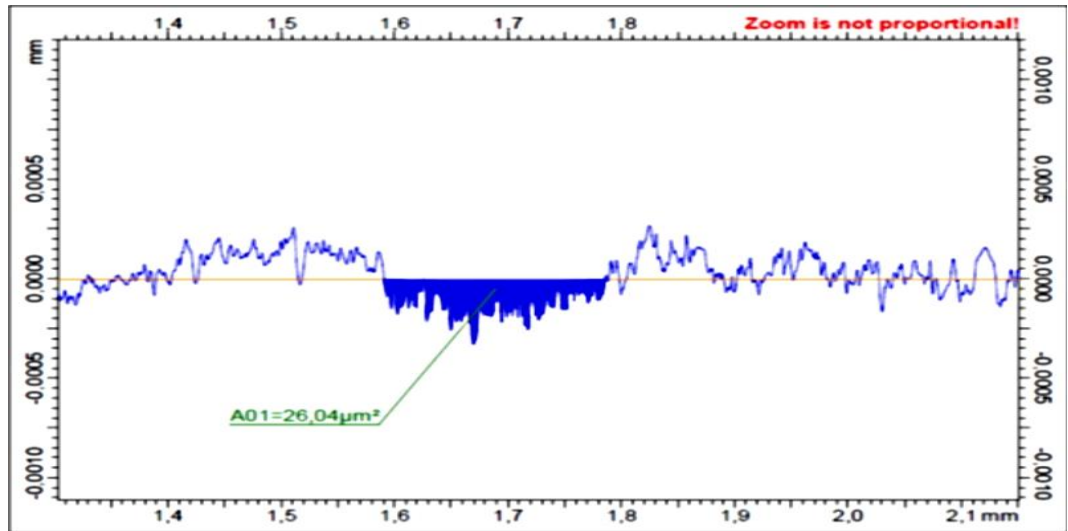
Parametreler	Şartlar
Uygulanan Yük (N)	2
Hız (dev/dak)	100
İz çapı (mm)	5
Ortam	Hava, Saf su ve Yağ
Ortam sıcaklığı, °C	22-24
İzafi nem, %RH	$\%45\pm5$
Test süresi, s	1200
Pin çapı (WC-%6Co) mm	5



**Şekil 3.6.** Kullanılan pin-on-disk aşınma cihazı



Aşınma deneyleri sırasında BF2 yük algılayıcı ile algılanan sürtünme kuvveti değerleri, bilgisayar ortamına aktarılarak sürtünme kuvveti-süre ve sürtünme katsayısı-süre grafikleri şeklinde veriler kaydedildi. Bu işlemler, aşınma cihazına bağlı özel elektronik kartlar ve bilgisayara yüklenmiş özel paket program vasıtasıyla otomatik olarak gerçekleştirildi. Deneyler sonucunda kaplanmış filmler üzerinde oluşan aşınma izlerinden aşınma oranlarının hesaplanması için Mahr Yüzey Profilometre kullanıldı. Aşınma oranlarının doğru olarak hesaplanabilmesi için, her ölçüm öncesinde optik mikroskopta aşınma izleri gözlemlenerek aşınma modelinin en iyi tanımlayacak homojen bölgeler belirlendi. Şekil 3.7’de aşınma deneyi sonucunda ortaya çıkan tipik bir izin yüzey profili verilmiştir.



**Şekil 3.7.** Aşınma deneyi sonucunda ortaya çıkan tipik bir izin yüzey profili

Aşınma oranını bulmak amacıyla aşağıdaki işlemler gerçekleştirilmiştir:

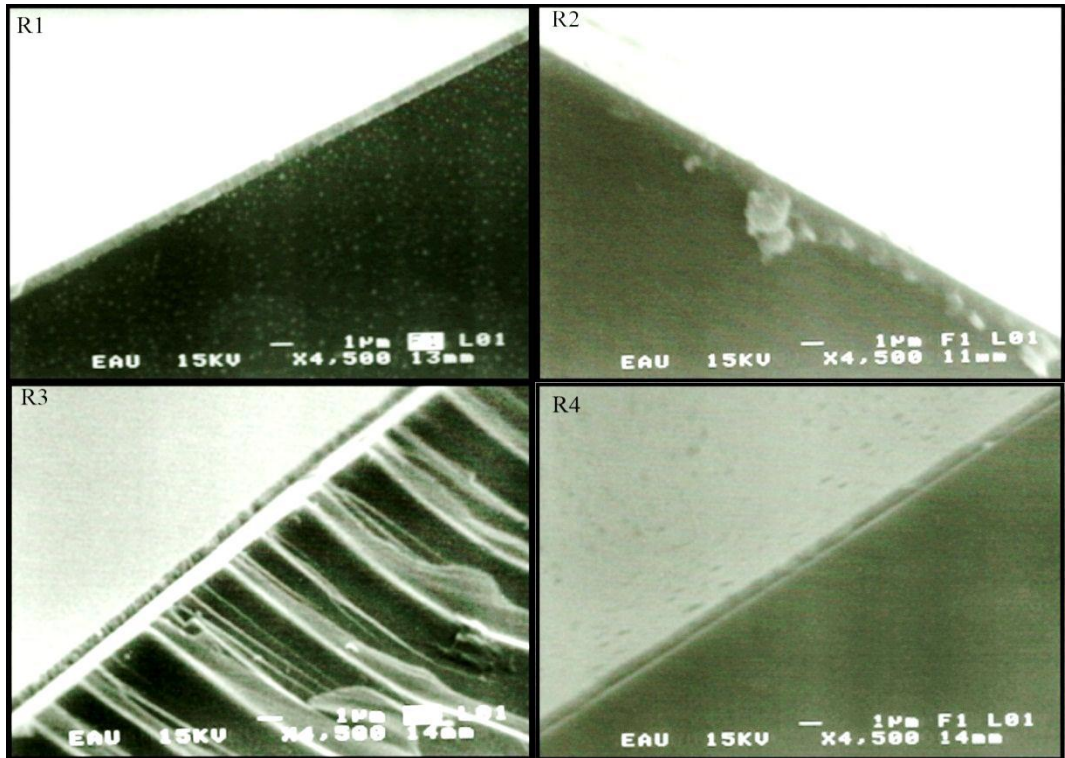
$$\text{Aşınma mesafesi} = \text{Aşınma izinin çevresi} \times \text{Dönme devri} \times \text{Aşınma süresi}$$

Kaplamanın aşınma oranı = Aşınan hacim / Uygulanan yük x Aşınma mesafesi formülüyle hesaplandı.

#### 4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

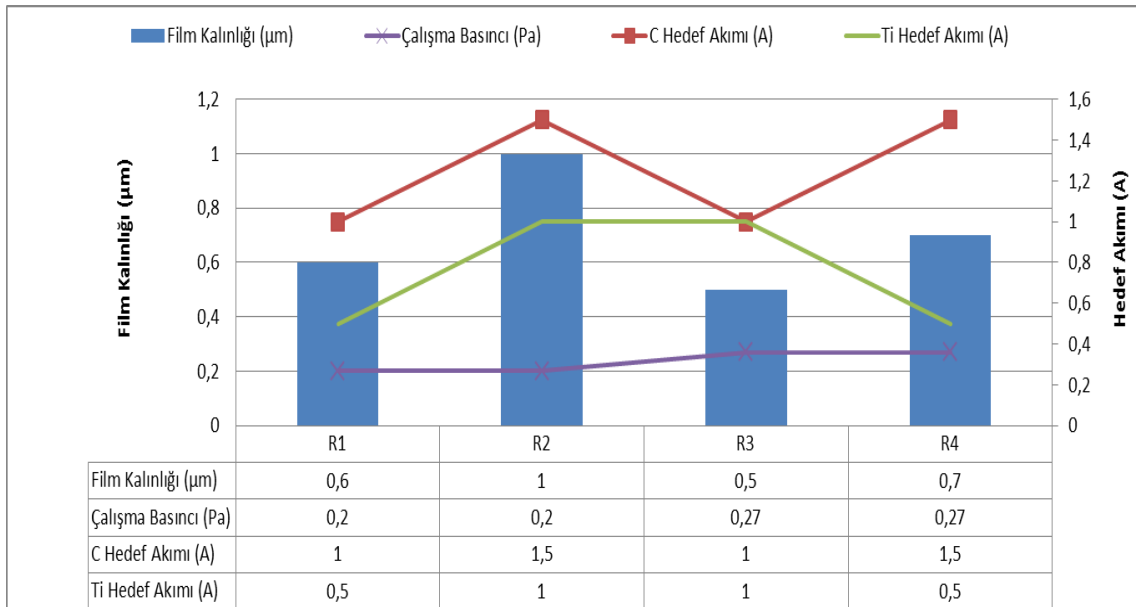
##### 4.1. Film Yapısı ve Kalınlığı

Kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma yöntemi ile cam taban malzemeler üzerine büyütülen Ti-DLC filmlerin kalınlıkları, Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) ile çekilen fotoğraflardan ölçülerek bulundu. Yapılan dört farklı kaplama şartı için büyütülen Ti-DLC filmlerin kesit görüntüleri ve kalınlıkları Şekil 4.1’ de verilmiştir. Kapalı alan dengelenmemiş manyetik sıçratma yöntemi ile kaplanmış Ti-DLC filmlerin R1 ile R3’e ait kaplama parametrelerinde yoğun ve kolonsal bir yapı sergilediği, R2 ile R4’e ait kaplama parametrelerinde ise sadece yoğun bir yapı sergilediği görülmüştür.



**Şekil 4.1.** Dört farklı kaplama şartı için üretilen Ti-DLC filmlerin kesit görüntüleri ve kalınlıkları

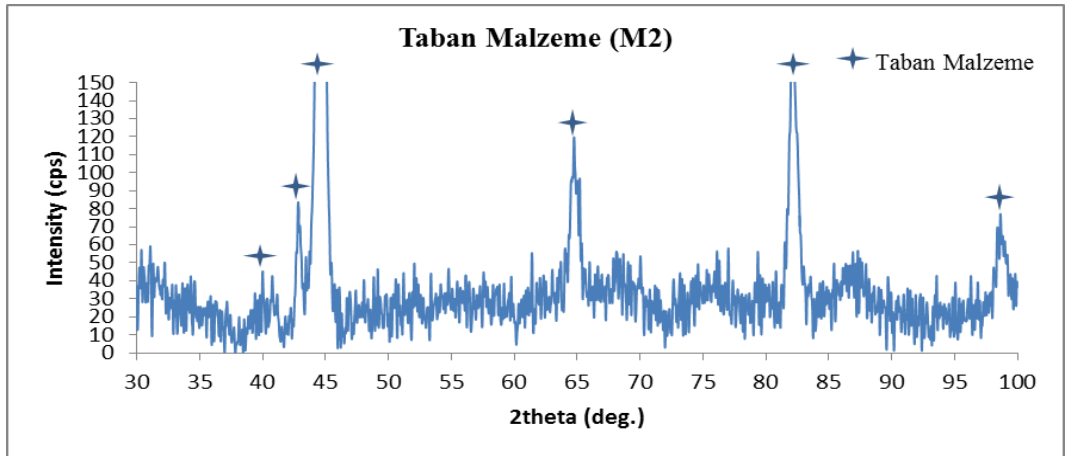
Elde edilen bu yoğun yapı sertliğin artmasını olumlu yönde etkilerken, kolonsal yapı ise sertliğin azalmasına neden olmuştur. Ti-DLC filmlerin kalınlıkları üzerinde kaplama parametrelerinin etkisi Şekil 4.2’de görülmektedir. Buna göre; en yüksek film kalınlığı en düşük çalışma basıncı (0.2Pa), en yüksek C hedef akımı (1.5A) ve en yüksek Ti hedef akımında (1A) R2’de 1 $\mu$ m olarak, en düşük film kalınlığı ise en yüksek çalışma basıncı (0.27Pa), en düşük C hedef akımı (1A) ve en yüksek Ti hedef akımında (1A) R3’de 0.5 $\mu$ m olarak elde edilmiştir. Tüm bu bilgiler doğrultusunda Ti-DLC filmlerin kalınlığının artmasında etken parametreler çalışma basıncının azalması ve hedef akımlarının artmasıyla ilişkilendirilmiştir. Çünkü hedef iyon akımlarının artması ile hedefin iyon bombardımanı artmakta ve bu yüzden taban malzeme üzerinde daha yüksek biriktirme oranlarının elde edilmesi sağlanmaktadır (Çalışkan *et al.* 2010). Ayrıca çalışma basıncının düşürülmesi ile sıçratılan hedef atomlarının gaz fazındaki saçılması daha az olacağı için taban malzemeye ulaşan tanecik sayısı artar ve böylece büyüme hızları nispeten yüksek olur (Losbichler and Mitterer 1997; Cansever 2001; Kim et al. 2003; Gupta 2003; Yeh *et al.* 2008).



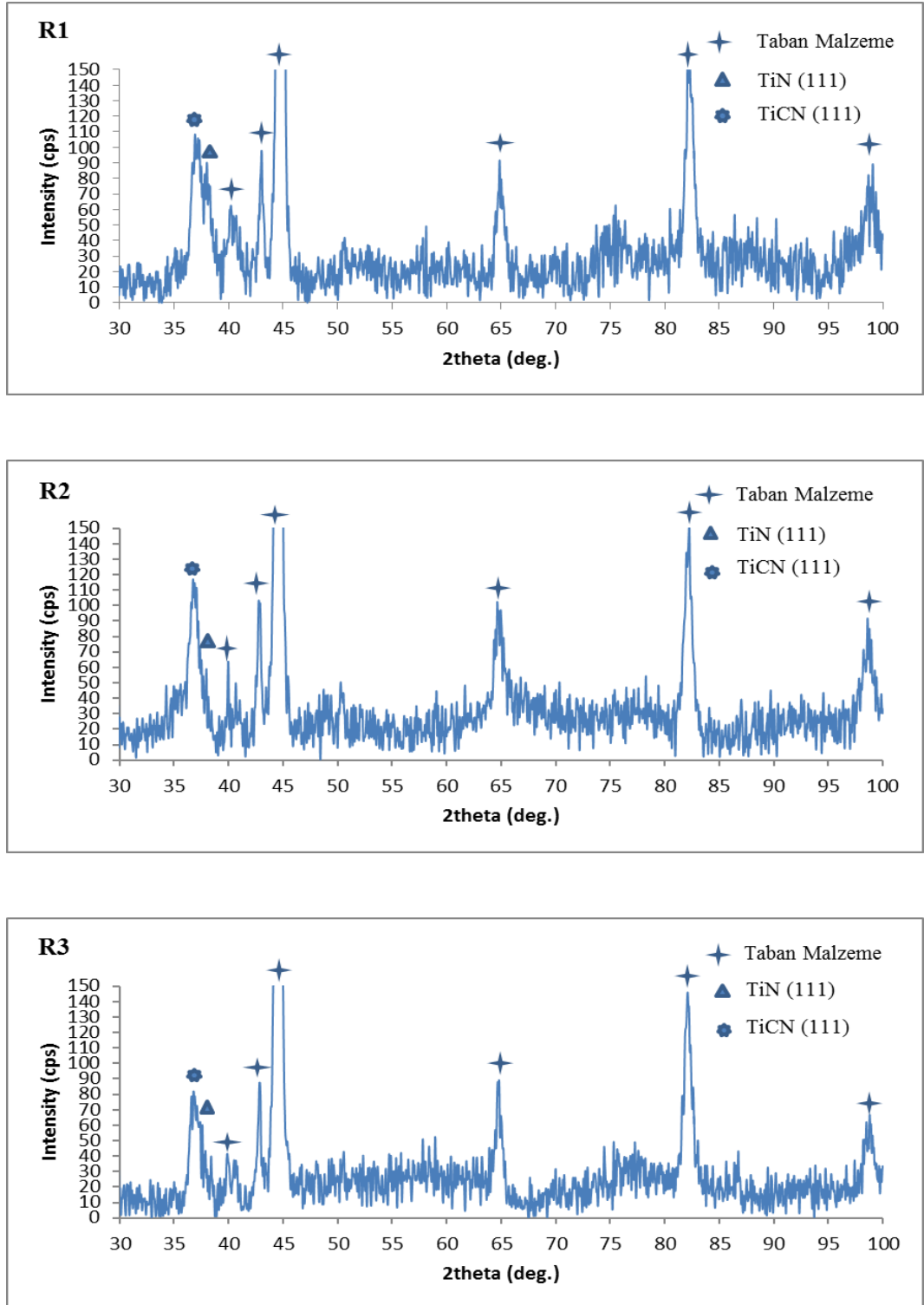
**Şekil 4.2.** Ti ve C hedef akımları ile çalışma basıncının film kalınlığının büyümesine etkisi

## 4.2. XRD Sonuçları

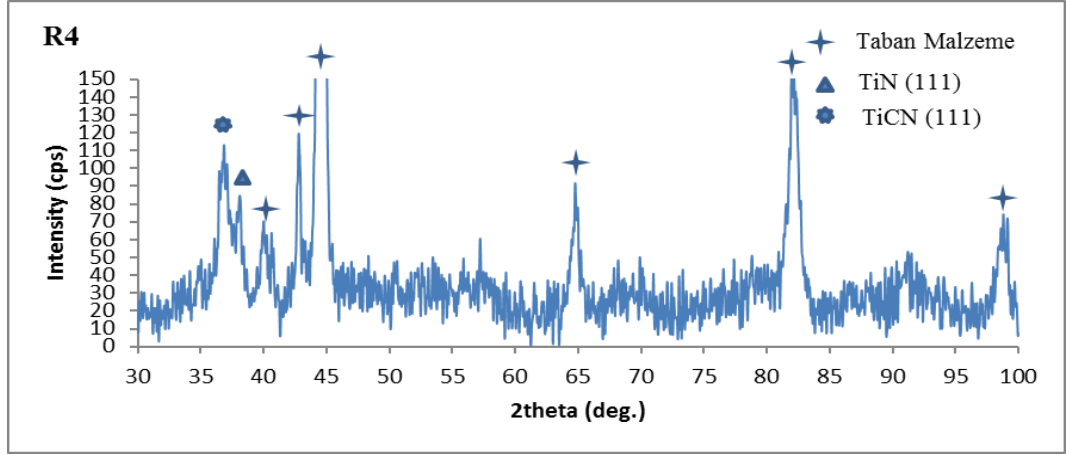
AISI M2 çelik taban malzeme ve üzerine kaplanmış Ti-DLC filmlerden elde edilen XRD grafikleri, Şekil 4.5’de gösterilmiştir. Elde edilen XRD grafiklerine göre, M2 çeliği üzerine kaplanmış tüm Ti-DLC filmlerden belirgin olarak  $2\theta \approx 36^\circ$  bragg açısında TiCN (111) ve daha az belirgin olarak  $2\theta \approx 38^\circ$  TiN (111) yansıması elde edilmiştir. Elde edilen XRD grafikleri incelendiğinde en yüksek yoğunluğa sahip TiCN fazı ve en düşük yoğunluğa sahip TiN fazı R2’e ait kaplama parametresinde ve en düşük yoğunluğa sahip TiCN fazı R3’e ait kaplama parametresinde sentezlenen filmlerden elde edilmiştir. TiCN yüksek kimyasal kararlılık, yüksek sertlik, düşük sürtünme katsayısı, yüksek tokluk ve mükemmel aşınma direnci gibi üstün mekanik özellikler sergileyen bir kaplamadır. Aynı şekilde TiN kaplamalar da yüksek sertlik, yüksek gerilme, düşük sürtünme katsayısı iyi aşınma direnci ve kimyasal kararlılığı sebebiyle takım çeliklerinin ömrünü artırmak için kullanılmaktadır. Filmler içinde yer alan TiN fazının oluşması TiCN yapının oluşumu için yetersiz C atomlarının bulunmasından kaynaklanmaktadır (Siow *et al.* 2013). Buna bağlı olarak R2’e ait kaplama parametrelerinde kaplanmış filmlerin yeterince C içermesi sonucu daha yoğun bir şekilde TiCN fazına ve diğer Run’lara oranla daha düşük TiN fazına sahip olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.3 (devam)



Şekil 4.4 (devam)



**Şekil 4.5.** Dört deney şartı için çelik taban malzemeler üzerine büyütülmüş filmlerin XRD sonuçları

### 4.3. Mikro Sertlik Sonuçları

AISI M2 çelik taban malzemeler üzerine CFUMBS yöntemi ile kaplanmış Ti-DLC filmlerden ve kaplanmamış taban malzeme üzerinde 10gf yükte elde edilen Vickers mikrosertlik değerleri Çizelge 4.1’de verilmiştir.

**Çizelge 4.1.** Ti-DLC filmler ile kaplanmış ve kaplanmamış taban malzemelerden elde edilen mikro sertlik değerleri

Deney No	Sertlik (GPa)
Taban Malzeme	4.17
R1	7.42
R2	9.66
R3	6.24
R4	9.20

Yapılan mikrosertlik deneyleri sonucu en yüksek sertlik R2’ye ait kaplama parametrelerinde (0.2Pa çalışma basıncı, 1.5A C hedef akımı ve 1A Ti hedef akımı) 9.66GPa olarak, en düşük sertlik R3’e ait kaplama parametrelerinde (0.27Pa çalışma basıncı, 1A C hedef akımı ve 1A Ti hedef akımı) 6.24GPa olarak elde edilmiştir. Taban malzeme üzerine yapılan Ti-DLC kaplamalarda, sertliğin taban malzemeye kıyasla %50 ile %120 aralığında arttığı, bu artış oranının literatürdeki diğer çalışmalar ile benzerlik

gösterdiği tespit edilmiştir (Bülbül 2006). Buna sebep olaraksa graded yapıların oluşturduğu ara yüzeylerin dislokasyon hareketini engelleyici görev yaptığı öne sürülmüştür (Bülbül 2006).

Taguchi  $L_4(3^2)$  deney tasarımı kullanılarak kaplanmış Ti-DLC filmlerin sertlikleri üzerinde kaplama parametrelerinin etkisi Şekil 4.6'de görülmektedir. Buna göre çalışma basıncının azalması ve Ti ve C hedef akımlarının artması R2'e ait kaplama parametrelerinde büyütülmüş Ti-DLC kaplamaların sertliğini artırırken, R3'e ait kaplama parametrelerinde büyütülen Ti-DLC filmlerin çalışma basıncının artması ve C hedef akımının azalması sertliğin azalmasına neden olmuştur.

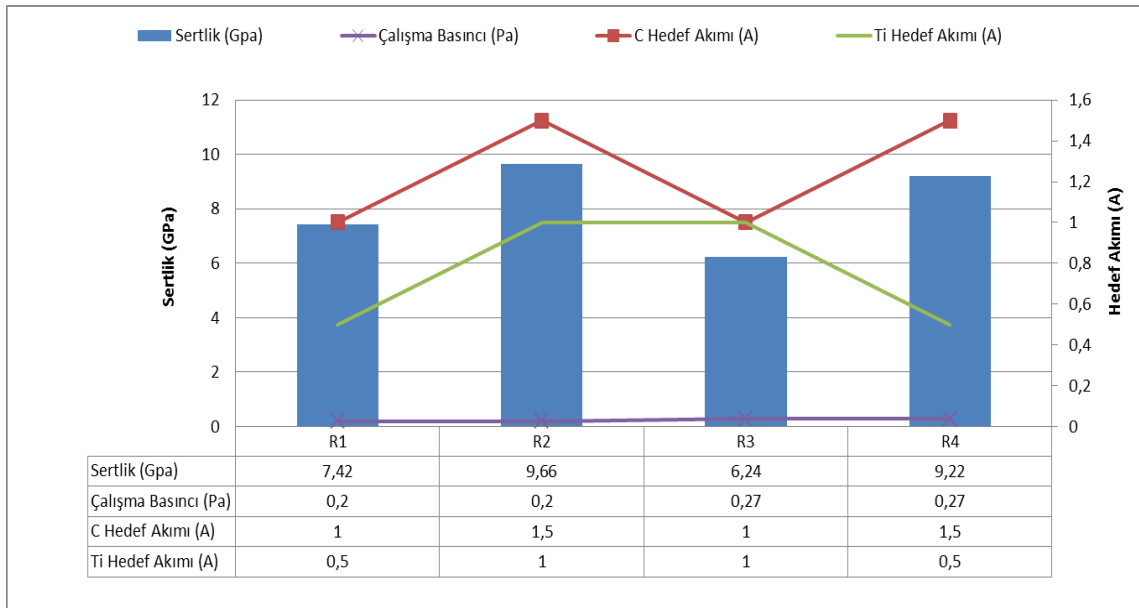
Çalışma basıncının düşürülmesine bağlı olarak gaz saçılımının azalması ve iyon enerjisinin artması yüzey hareketliliğinin artmasına sebep olacaktır. Çünkü daha yüksek hareketliliğe sahip atomlar daha düşük enerji durumuna ulaşabilirler. Sonuç olarak filmlerin yoğunluğu azalan basınçla artar. Buna göre çalışma basıncının azalması ile artan film yoğunluğu beraberinde sertlik değerini de arttırmaktadır (Losbichler and Mitterer 1997; Gupta 2003; Yeh *et al.* 2008). Bunun sonucunda film kalınlığının artması ile en yüksek sertlik değerinin R2'e ait kaplama parametrelerinde elde edilmesi yüksek kalınlıktaki ( $1\mu\text{m}$ ) filmin yüksek yük taşıma kabiliyetine bağlanmıştır (Bülbül 2006).

Narasimhan *et al.* (1995) yaptıkları çalışma sonucunda TiN kaplamaların TiCN den daha büyük kristal boyutuna ve daha iyi adezyona sahip olmasına rağmen TiCN filmlerin daha yüksek mikro sertliğe sahip olduğunu rapor etmişlerdir. Buna bağlı olarak R2'e ait kaplama parametrelerinde (en düşük çalışma basıncı, en yüksek C ve Ti hedef akımı) büyütülmüş Ti-DLC filmlerin yoğun TiCN yapısı nedeniyle en yüksek sertliğe sahip olduğu söylenilebilir.

Ancak bu fazlara ait piklerin çok güçlü şiddetlere sahip olmaması, filmlerin sertliğinin literatürle kıyaslayınca yeterince sert olmamasına, bu ise yapı içerisinde meydana gelen  $sp^3/sp^2$  oranıyla ilişkilendirilmiştir.

Şöyle ki; azalan kristal boyutuyla birlikte sertlik ve dayanımın daha da artırılması için, tane sınırı kaymasının ancak uygun bir kaplama tasarımı ve malzeme seçimiyle sağlanabileceğini düşünen Zhang *et al.* (2003), yaptıkları çalışma sonucunda; Ti' un DLC' deki  $sp^3$  bağlanmasını ve beraberinde sertliği artırdığını gözlemlemişlerdir.

Chowdhury *et al.* (2004) yapı içerisinde artan  $sp^3$  artışıyla filmin yoğunluğunun ve buna bağlı olarak sertliğinin artarken, yapı içinde artan  $sp^2$  ve azalan yoğunlukla birlikte sertliğin azaldığını belirtmişlerdir. Buna bağlı olarak kaplanan Ti-DLC filmlerin yeterince sert olmamasının sebebi olarak yapı içerisinde  $sp^2$  bağının oluştuğu düşünülmektedir.



**Şekil 4.6.** Ti ve C hedef akımları ile çalışma basıncının film sertliğine etkisi

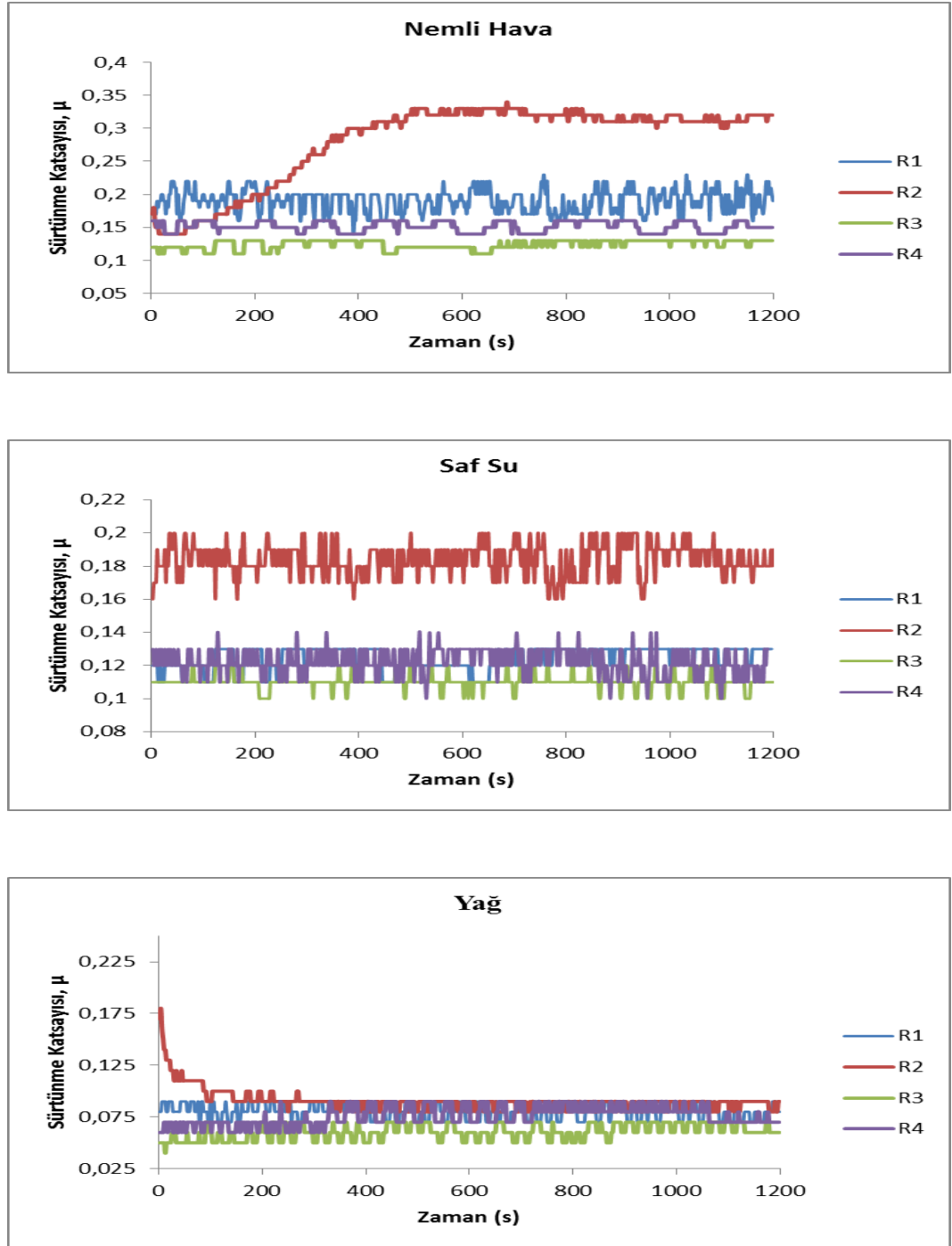


#### 4.4. Aşınma Deneyi Sonuçları

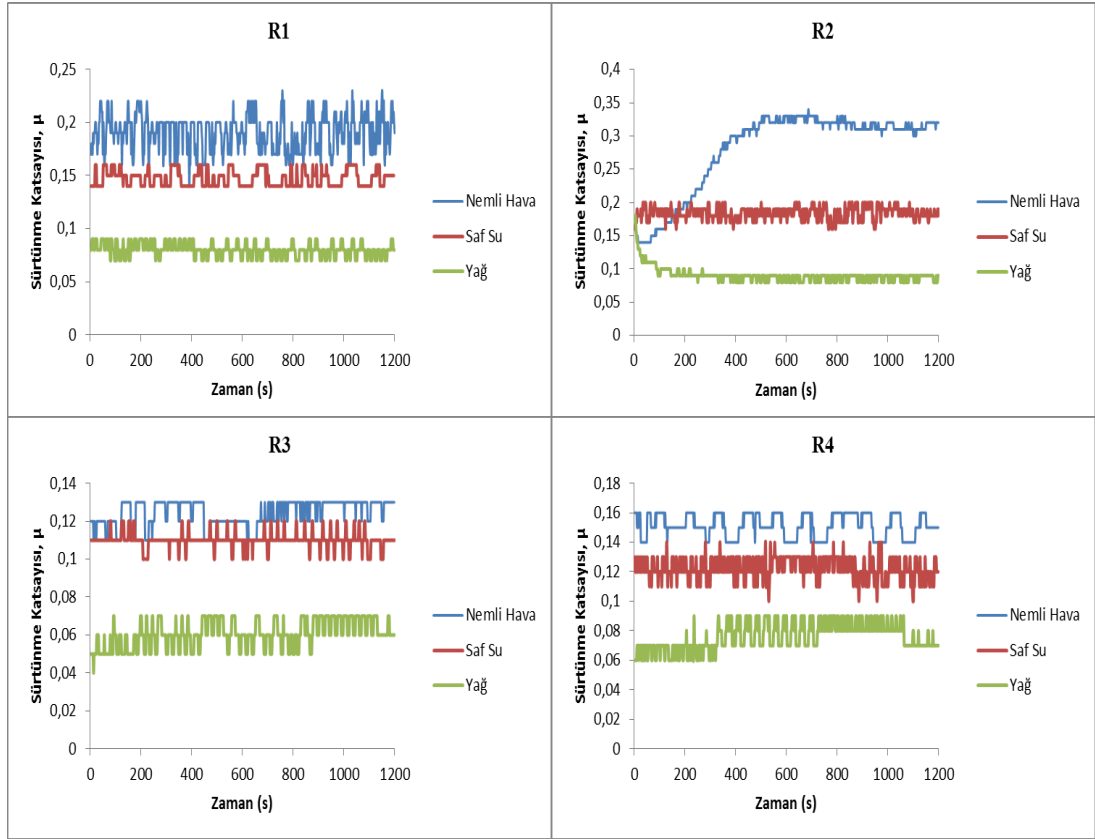
Farklı kaplama parametrelerinde büyütülen Ti-DLC kaplamaların üç farklı ortamdaki aşınma deneyleri sonucu elde edilen sürtünme katsayısı-süre ilişkisini Şekil 4.7'de görülmektedir.

Şekil 4.7'e göre R2'e ait kaplama parametrelerinde büyütülen Ti-DLC kaplamalar üç ortamda da en yüksek sürtünme katsayısını sergilerken, R3'e ait kaplama parametrelerinde büyütülen kaplamalar en düşük sürtünme katsayısını sergilemiştir. Üç farklı ortamdaki sürtünme katsayılarının R1, R2, R3 ve R4 için karşılaştırılması ise Şekil 4.8'da görülmektedir. Buna göre en büyük sürtünme katsayıları dört kaplama şartında da nemli havada elde edilirken, en düşük sürtünme katsayıları yağ ortamında elde edilmiştir. Nemli hava, saf su ve yağ ortamlarında yapılan deneyler sonucunda ölçülen aşınma oranları ve sürtünme katsayıları Çizelge 4.2'de gösterilmiştir.

Bu çalışmada; Ti-DLC kaplamaların sürtünme katsayısı değerleri nemli havada 0,124-0,279 arasında, saf suda 0,110-0,183 arasında ve yağ atmosferinde ise 0,062-0,091 olarak elde edilmiştir. Zhang *et al.* (2003) yaptıkları çalışma sonucunda da; Ti'un DLC'deki  $sp^3$  bağlanmasını ve beraberinde sertliği artırdığı gözlenirken, nanokompozit kaplamanın düşük sürtünme ve iyi aşınma direnci sergilediği görülmüştür. Elde edilen kaplamaların düşük sertlikleri sonucu, oluşan Ti-DLC filmlerin aşınmasında yapı içerisinde bulunan  $sp^2$  bağı filmlerin katı yağlayıcı özelliği göstererek aşınma esnasında film ile pin arasında uygun transfer filmi oluşumuna katkı sağlamıştır (Voevodin and Zabinski 1998; Camino *et al.* 1999; Donnet *et al.* 1999; Goldsmith *et al.* 2005). Şöyle ki, elde edilen aşınma izleri son derece kararlı bir yapı sergilemektedir. Liu *et al.* (1996)'da nemli ortamda DLC filmlerin kararlı ve düşük sürtünme göstermelerini aşınma ile tetiklenen grafitleşmeye bağlamışlardır.



Şekil 4.7. Ti-DLC kaplamaların üç farklı ortamdaki aşınma deneyleri sonucu elde edilen sürtünme katsayısı-süre ilişkisi



**Şekil 4.8.** Üç farklı ortamdaki sürtünme katsayılarının R1, R2, R3 ve R4 için karşılaştırılması

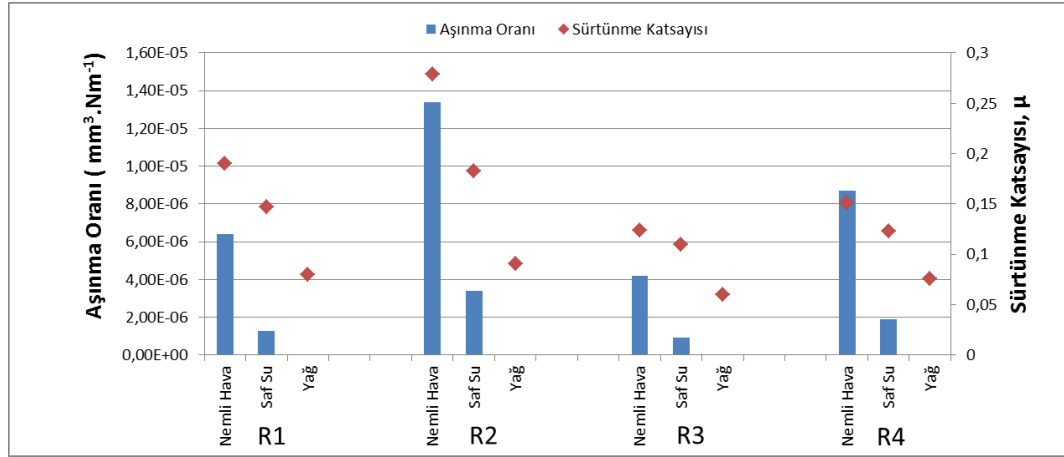
**Çizelge 4.2.** Farklı aşınma ortamı ve deney şartlarında ölçülen aşınma oranları ve sürtünme katsayıları

Farklı atmosferler	Deney No	Aşınma oranları (mm <sup>3</sup> /Nm)	Sürtünme katsayıları (μ)
Nemli hava	R1	6,38E-06	0,190
	R2	1,34E-05	0,279
	R3	4,19E-06	0,124
	R4	8,70E-06	0,151
Saf su	R1	1,28E-06	0,147
	R2	3,40E-06	0,183
	R3	9,20E-07	0,110
	R4	1,88E-06	0,123
Yağ	R1	Okunamadı	0,081
	R2	Okunamadı	0,091
	R3	Okunamadı	0,062
	R4	Okunamadı	0,076

Yapılan aşınma deneyleri sonucunda Ti-DLC filmlerin sürtünme katsayıları ve aşınma oranları arasındaki ilişki Şekil 4.9' de görülmektedir. Farklı kaplama parametrelerinde büyütülen Ti-DLC filmler R1, R2, R3 ve R4 de nemli havada en yüksek sürtünme katsayısıyla beraber en yüksek aşınma oranına, yağ ortamında ise en düşük sürtünme katsayısıyla beraber en düşük aşınma oranına sahip olduğu görülmüştür. R2'e ait kaplama parametrelerinde büyütülen filmin aşınma izlerinin SEM görüntüleri (Şekil 4.11, Şekil 4.12) incelendiğinde geniş ve derin aşınma izi gözlemlenmektedir ki bu da aşınmanın ne kadar fazla olduğunu ve filmin şiddetli bir aşınmaya maruz kaldığının göstergesidir.

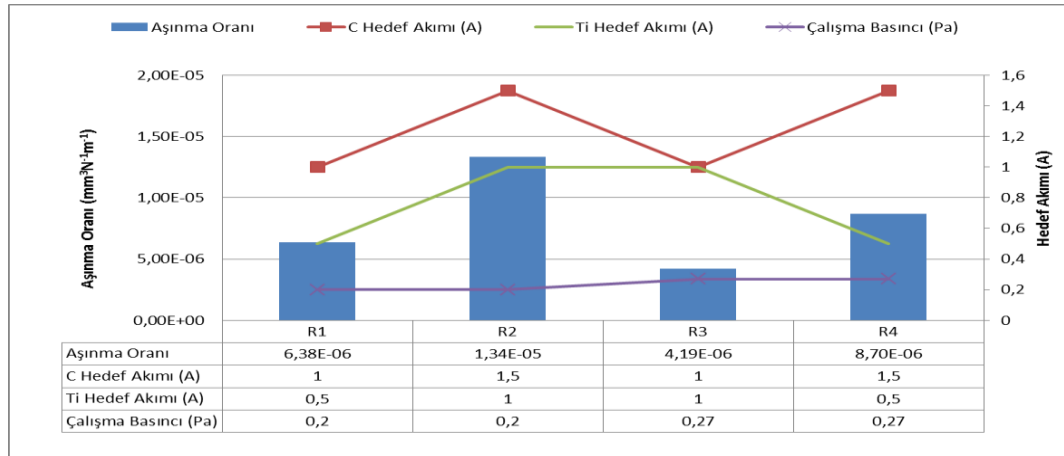
Ti-DLC filmlerin sürtünme katsayıları incelendiğinde, sürtünme katsayılarının kararsız bir hal sergilediği görülmektedir. Bu kararsızlığın sebebi olarak aşınma esnasında Ti-DLC film ile aşındırıcı pinin teması neticesinde ortaya çıkan abrazif aşınma ürünlerden kaynaklandığı düşünülmektedir. Çünkü bu sert abrazif parçacıklar, hem aşınan film ile aşındırıcı pin arasında uygun transfer filmi oluşumunu engellemekte, hem de kaymaya karşı direnci artırmaktadır. Dolayısıyla bu durum, sürtünme grafiğinde kararsızlığa sebep olmuş, hem de sürtünme de artışa sebep olmaktadır (Bülbül 2006).

Ayrıca R3'e ait kaplama parametrelerinde kaplanan Ti-DLC filmlerin aşınma ve pin görüntüleri (Şekil 4.11, Şekil 4.12) incelendiğinde; pin ile taban malzeme arasında bir yağlayıcı film tabakasının oluştuğu ve oluşan bu yağlayıcı film tabakası sayesinde pin ile taban malzemenin aynı malzeme gibi davrandığı gözlemlenmiştir. Buna bağlı olarak R3'e ait kaplama parametrelerinde büyütülen Ti-DLC filmlerin sahip oldukları düşük sürtünme katsayısını, DLC yüzeyi üzerinde oluşan grafitimsi bir transfer yüzeyinin sağladığı yağlayıcı görev ile açıklayabiliriz. Karbon filmlerde sürtünmeyi etkileyen temel unsurlar, adhezif bağlar, yüzey pürüzlülüğü, çevre şartları ve kayan yüzeylerde oluşan transfer film tabakalarıdır (Erdemir 2004).

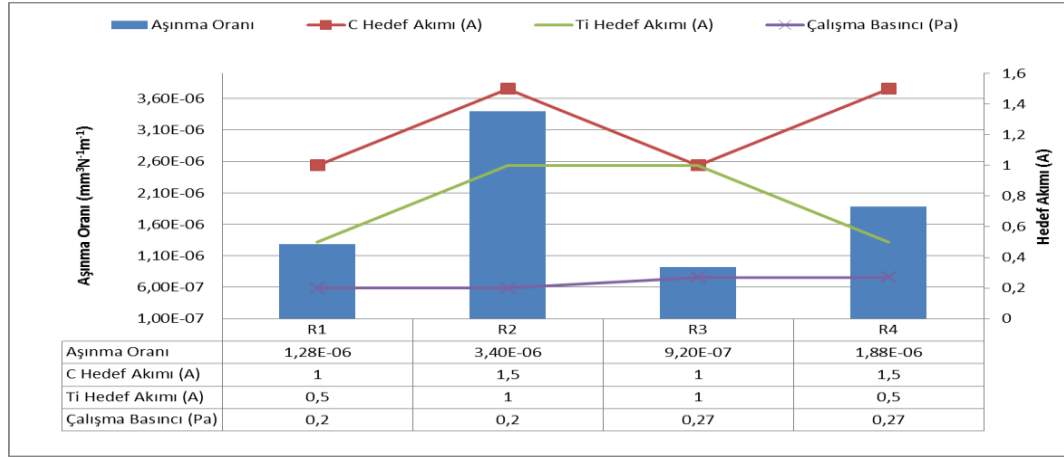


**Şekil 4.9.** Ti-DLC filmlerin sürtünme katsayıları ve aşınma oranları arasındaki ilişki

Şekil 4.10 ve Şekil 4.11’ da nemli hava ve saf su atmosferlerinde yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen aşınma oranları üzerinde kaplama parametrelerinin etkisi görülmektedir. Yapılan deneyler sonucunda her iki atmosferde de en düşük sertliğe sahip R3’e ait kaplama parametrelerinde büyütülen filmin sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerlerinin en az olduğu gözlemlenmektedir.



**Şekil 4.10.** Nemli hava atmosferinde yapılan aşınma deneyi sonucu elde edilen aşınma oranları üzerinde kaplama parametrelerinin etkisi

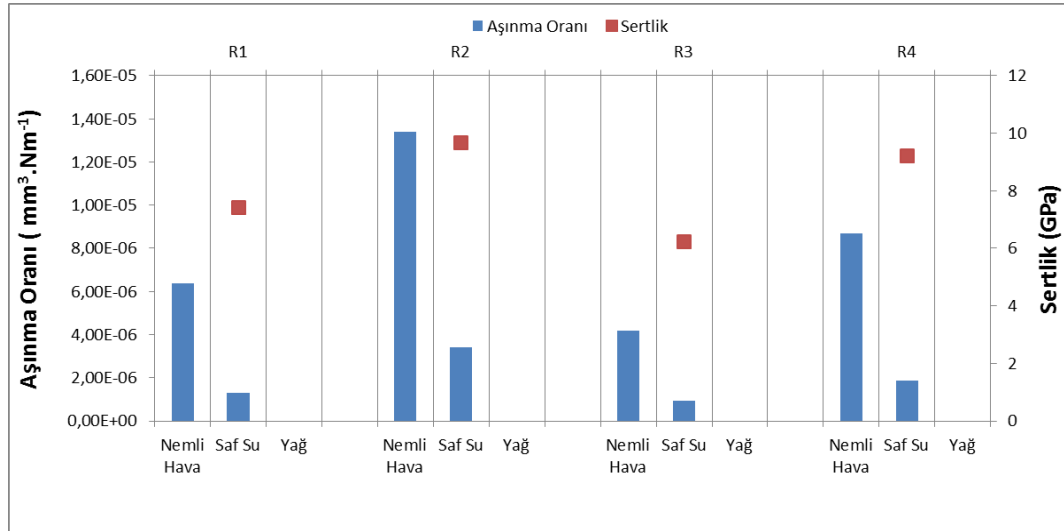


**Şekil 4.11.** Saf su atmosferinde yapılan aşınma deneyi sonucu elde edilen aşınma oranları üzerinde kaplama parametrelerinin etkisi

Taramalı elektron mikroskobu ile elde edilen Ti-DLC kaplamalara ait kesit görüntüleri incelendiğinde R1 ve R3'e ait kaplama parametrelerinde sentezlenen filmlerin yoğun ve kolonsal bir mikro yapıya sahip olduğu, R2 ve R4'e ait kaplama parametrelerinde sentezlenen filmlerin ise yoğun bir mikro yapıya sahip olduğu görülmektedir. Bu yoğun yapı sertliğin artmasında ve aşınmaya karşı direncin iyi olmasında önemli bir etkidir. R1 ve R3'e ait kaplama parametrelerinde sentezlenen filmlerin mikro yapıları incelendiğinde görülen yoğun ve kolonsal yapı sertliğin azalmasına ve bununla beraber aşınma direncinin artmasına neden olmuştur. DLC filmlere katılan ilave metalin tüm deney şartlarında sentezlenen filmler açısından sertlikte taban malzemeye oranla artış sağladığı görülürken, sürtünme katsayısı ve aşınma oranı açısından faydalı olmadığını, aksine bu özelliklerin kötüleşmesine neden olduğu görülmüştür. Buna sebep olarak aşınma deneyleri sırasında artan film sertliğiyle birlikte (R2 ve R4) kopan bu sert partiküllerin abrazyon etkisi yaparak film ile pin arasında ki sürtünme katsayısının ve aşınma oranının artmasına sebep olduğu düşünülmektedir.

Farklı atmosferlerde (nemli hava, saf su, yağ) yapılan aşınma deneyleri elde edilen aşınma oranları ile sertlik arasındaki ilişki Şekil 4.12' de görülmektedir. Farklı kaplama parametrelerinde büyütülmüş Ti-DLC filmlerin sertliklerinin azalması ile aşınma oranlarının iyileştiği ve sertliklerinin artması ile aşınma oranlarının kötüleştiği görülmektedir. Bu sonuç normalde sertlikle ile aşınma oranı arasındaki ilişkiye terstir.

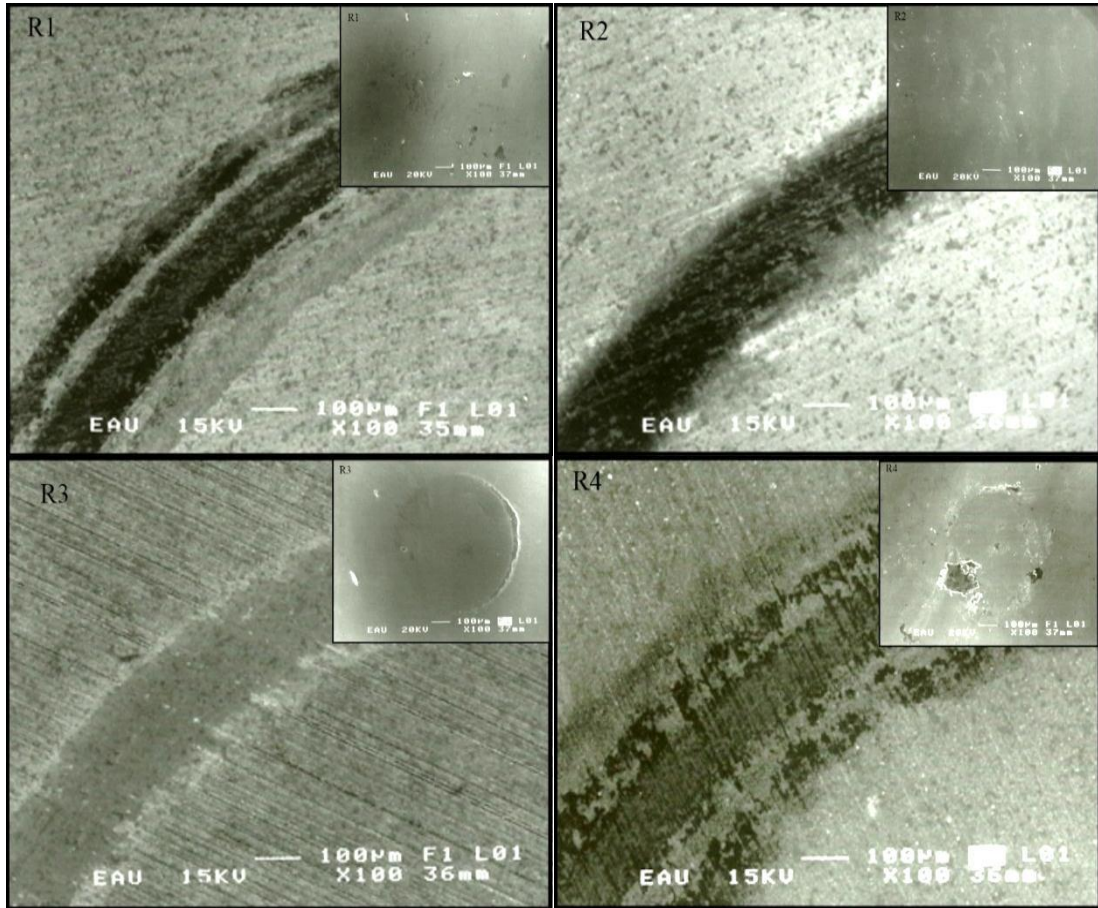
Ancak DLC filminin aşınması sırasında sürtünme ile birlikte DLC filmi üzerinde grafit benzeri bir transfer filminin oluşması ve bu transfer filminin de katı yağlayıcı olarak görev yapması, DLC'nin aşınma ömrünü büyük ölçüde artırır (Deng and Braun 1996; Rincon *et al.* 2001). Yüksek sürtünme katsayısı değerlerine sahip R2 ve R4'e ait kaplama parametrelerinde büyütülen Ti-DLC filmlerin aşınma izleri incelendiğinde gevrek davranış izlerini yansıtan filmde kopmalar ve pullanmalar görülmektedir (Şekil 4.11, Şekil 4.12). Sertliğin artması aşınma sırasında filmin adhezif ve/veya kohezif olarak yüzeyden kopmasına neden olmuş ve kopan bu partiküller abrasif etki yaparak sürtünme katsayısının ve aşınma oranını artmasına neden olmuştur. R4'e ait kaplama parametrelerinde büyütülmüş Ti-DLC filmlerin farklı ortamlarda yapılan deneyler sırasında koptuğu ve kopan bu partiküllerin pin ile numune arasında kalarak aşınmayı arttırdığını ve kopan partiküllerin aşınma boyunca sıvandığı görülmektedir. Ti-DLC filmlerden kopan bu parçacıkların yüzeyde aşınmamış bölge gibi görülmesi bu düşünceyi destekler niteliktedir.



**Şekil 4.12.** Farklı atmosferlerde yapılan aşınma deneyleri elde edilen aşınma oranları ile sertlik arasındaki ilişki

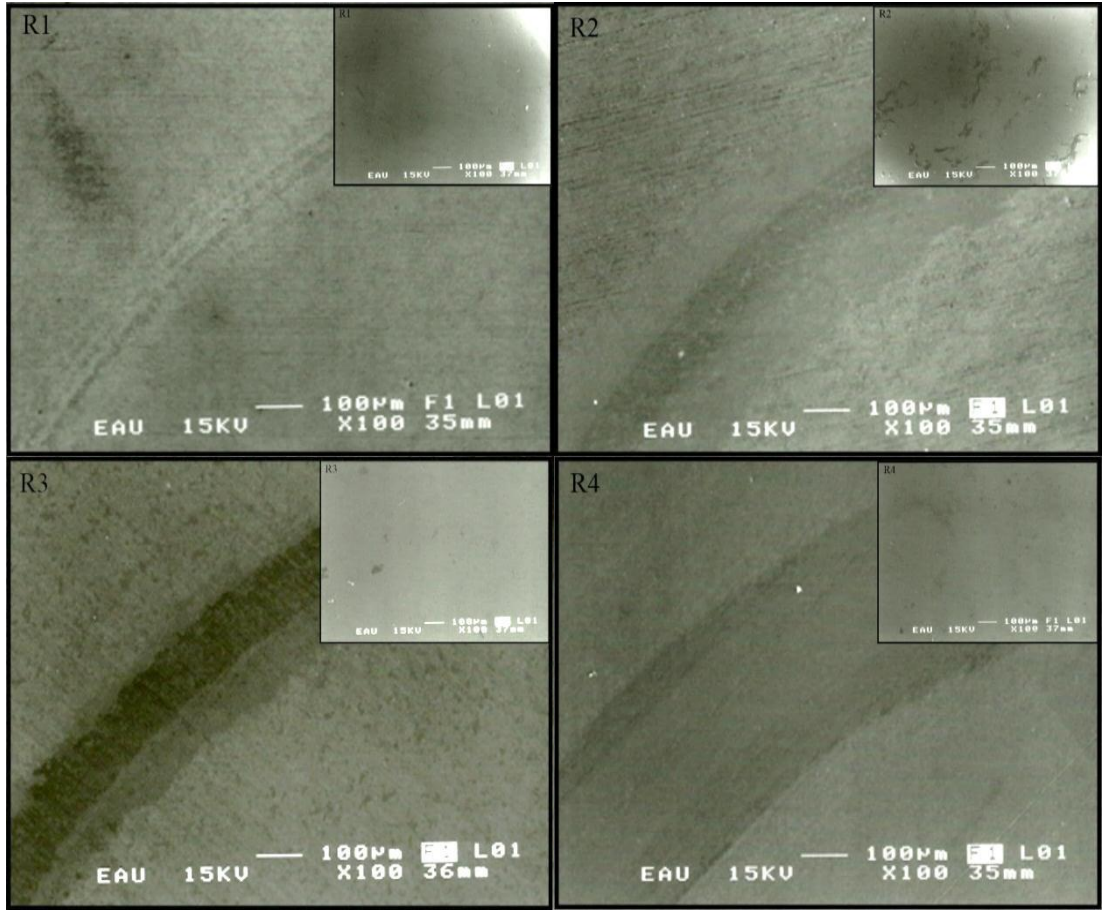
Farklı kaplama parametrelerinde büyütülen Ti-DLC kaplamaların üç farklı ortamdaki aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM aşınma izi görüntüleri Şekil 4.13 ve Şekil 4.14' de gösterilmiştir.

Filmler üzerindeki aşınma izleri incelendiğinde kayma hareketi sonucunda nemli havada ve saf su ortamında transfer filminin olduğu ancak nemli hava ortamında transfer filminde kopmalar meydana geldiği gözlemlenmiştir. Bunun nedeni ise hava ortamında yapılan aşınma deneyi sırasında meydana gelen oksidasyon ürünlerinin kopmalar meydana getirmesidir. Yağ ortamında ise yağ Ti-DLC filmi ve pin arasında bir yağ filmi oluşturmuş ve pin ve numune arasında neredeyse hiç aşınma meydana gelmemiştir. Ayrıca SEM ile WC-Co bilyaların deney numuneleri ile kontak noktasının morfolojisi incelendiğinde, kayma esnasında meydana gelen aşınma parçacıkları ve yer değiştirmiş bazı aşınma partikülleri gözlemlenmiştir (Şekil 4.13, Şekil 4.14).



**Şekil 4.13.** Nemli hava atmosferinde Ti-DLC filmlerin aşınma izi ve pin görüntüleri





Şekil 4.14. Saf su atmosferinde Ti-DLC filmlerin aşınma izi ve pin görüntüleri

## 5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma ile M2 çelik taban malzemeler üzerine Ti-DLC filmler büyütülmüş ve elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi kategoriler halinde özet olarak verilmiştir.

### 5.1. Sonuçlar

- **Mikro yapı**

- Yapılan ölçümlere göre en yüksek film kalınlığı 1µm değerinde R2'e ait kaplama parametrelerinde (1A Ti hedef akımı, 1.5A C hedef akımı, 0.2Pa çalışma basıncı) ve en düşük film kalınlığı da 0,5µm değerinde R3'e ait kaplama parametrelerinde (1A Ti hedef akımı, 1A C hedef akımı, 0.27Pa çalışma basıncı) elde edilmiştir.
- Ti-DLC filmlerin R1 ile R3'e ait kaplama parametrelerinde yoğun ve kolonsal bir yapı sergilediği, R2 ile R4'e ait kaplama parametrelerinde ise sadece yoğun bir yapı sergilediği görülmüştür.
- Ti-DLC filmlerin kalınlığının artmasında etken parametreler çalışma basıncının azalması ve hedef akımlarının artmasıyla ilişkilendirilmiştir. Çünkü hedef iyon akımlarının artması ile hedefin iyon bombardımanı artmakta ve bu yüzden taban malzeme üzerinde daha yüksek biriktirme oranlarının elde edilmesi sağlanmaktadır. Ayrıca çalışma basıncının düşürülmesi ile sıçratılan hedef atomlarının gaz fazındaki saçılması daha az olacağı için taban malzemeye ulaşan tanecik sayısı artar ve böylece büyüme hızları nispeten yüksek olur.

- **XRD sonuçları**

➤ M2 çeliği üzerine kaplanmış Ti-DLC filmlerden belirgin olarak  $2\theta \approx 36^\circ$  bragg açısında TiCN (111) ve daha az belirgin olarak  $2\theta \approx 38^\circ$  TiN (111) yansıması elde edilmiştir.

➤ Elde edilen XRD grafikleri incelendiğinde TiCN ve TiN fazlarının yoğunluğunun artmasıyla R2'e ait kaplama parametresinde sentezlenen filmlerin sertliğinde artış gözlemlenirken, TiCN ve TiN fazlarının yoğunluğunun kaybolmaya yakın olduğu R3'e ait kaplama parametresinde sentezlenen filmlerin sertliğinde azalma gözlemlenmiştir. Bu da gösterir ki metal ilavesinin DLC filmlerin sertliğini artırmada olumlu yönde etkisi olmuştur.

- **Mikrosertlik değerleri**

➤ Yapılan mikrosertlik deneyleri sonucu en yüksek sertlik R2'e ait kaplama parametrelerinde (0.2Pa çalışma basıncı, 1.5A C hedef akımı ve 1A Ti hedef akımı) 9.66GPa olarak, en düşük sertlik R3'e ait kaplama parametrelerinde (0.27Pa çalışma basıncı, 1A C hedef akımı ve 1A Ti hedef akımı) 6.24GPa olarak elde edilmiştir.

➤ Taban malzeme üzerine yapılan Ti-DLC kaplamalarda, sertliğin taban malzemeye kıyasla %50 ile %120 aralığında arttığı görülmüştür. Buna sebep olaraksa graded yapıların oluşturduğu ara yüzeylerin dislokasyon hareketini engelleyici görev yaptığı öne sürülmüştür.

➤ Çalışma basıncının azalması ve C hedef akımının artması R2'e ait kaplama parametrelerinde büyütülmüş Ti-DLC kaplamaların sertliğini artırırken, çalışma basıncının artması ve C hedef akımının azalması sertliğin azalmasına neden olmuştur.

➤ Çalışma basıncının düşürülmesi ile taban malzemeye ulasan tanecik sayısının artması, taban malzeme üzerine yüksek hızda birikme olmasını sağlar ve film kalınlığı artar. Bunun sonucunda film kalınlığının artması ile en yüksek sertlik değerinin R2'e ait kaplama parametrelerinde elde edilmesi yüksek kalınlıktaki filmin yüksek yük taşıma kabiliyetine bağlanmıştır.

➤ Ti-DLC filmlerin yapısı içerisinde tespit edilen TiCN ve TiN fazlarının film sertliğini arttırdığı düşünülmektedir. Ancak bu fazlara ait piklerin çok güçlü şiddetlere sahip olmaması filmlerin sertliğinin yeterince sert olmamasına ve piklerin kristale yakın yönelme sergilemesine neden olmuştur.

#### • Tribolojik sonuçlar

➤ Farklı kaplama parametrelerinde büyütülen Ti-DLC kaplamaların üç farklı atmosferdeki aşınma deneyleri sonucu incelendiğinde R2'e ait kaplama parametrelerinde büyütülen Ti-DLC kaplamalar üç ortamında da en yüksek sürtünme katsayısını sergilerken, R3'e ait kaplama parametrelerinde büyütülen kaplamalar en düşük sürtünme katsayısını sergilemiştir.

➤ En büyük sürtünme katsayıları dört kaplama şartında da nemli havada elde edilirken, en düşük sürtünme katsayıları yağ ortamında elde edilmiştir.

➤ Ti-DLC kaplamaların hepsinde düşük sürtünme katsayısı değerleri nemli havada 0,124-0,279 arasında, saf suda 0,110-0,183 arasında ve yağ atmosferinde ise 0,062-0,091 arasında muhafaza edilmiştir.

➤ Elde edilen düşük sürtünme değerlerinin özellikle DLC'nin aşınma ile birlikte grafitleşme göstermesi ve bu grafitik yapının bir katı yağlayıcı olarak görev yaparak uygun transfer filmi oluşumuna katkı sağlamasına bağlanmıştır.

➤ Farklı kaplama parametrelerinde büyütülen Ti-DLC filmler R1, R2, R3 ve R4 de nemli havada en yüksek sürtünme katsayısıyla beraber en yüksek aşınma oranına, yağ ortamında ise en düşük sürtünme katsayısıyla beraber en düşük aşınma oranına sahip olduğu görülmüştür.

➤ Nemli hava ve saf su atmosferlerinde yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen aşınma oranları üzerinde kaplama parametrelerinin etkisi incelendiğinde her iki atmosferde de R3'de C hedef akımının düşük, Ti hedef akımının ve çalışma basıncının

yüksek olmasının düşük aşınma oranlarına sebep olduğu görülmüştür. Yüksek Ti hedef akımı, yüksek C hedef akımı ve düşük çalışma basıncı ise aşınma oranının R2’de önemli oranda artmasına sebep olmuştur.

➤ Farklı atmosferlerde (nemli hava, saf su, yağ) yapılan aşınma deneyleri elde edilen aşınma oranları ile sertlik arasındaki ilişki dikkate alındığında farklı kaplama parametrelerinde büyütülmüş Ti-DLC filmlerin sertliklerinin azalması ile aşınma oranlarının azaldığı ve sertliklerinin artması ile aşınma oranlarının arttığı görülmektedir. Sertliğin artması aşınma sırasında filmin adhezif ve/veya kohezif olarak yüzeyden kopmasına neden olmuş ve kopan bu partiküller abrasif etki yaparak sürtünme katsayısının ve aşınma oranını artmasına neden olmuştur.

➤ Ti-DLC filmlerin sürtünme katsayıları incelendiğinde, sürtünme katsayılarının kararsız bir hal sergilediği görülmektedir. Bu kararsızlığın sebebi olarak aşınma esnasında sert seramik film ile aşındırıcı pinin teması neticesinde ortaya çıkan abrazif aşınma ürünlerden kaynaklandığı düşünülmektedir.

➤ Filmler üzerindeki aşınma izleri incelendiğinde kayma hareketi sonucunda nemli havada ve saf su ortamında transfer filminin oluştuğu ancak nemli hava ortamında transfer filminde kopmalar meydana geldiği gözlemlenmiştir. Bunun nedeni ise hava ortamında yapılan aşınma deneyi sırasında meydana gelen oksidasyon ürünlerinin kopmalar meydana getirmesidir.

➤ Yağ ortamında ise yağ Ti-DLC filmi üzerinde bir yağ filmi oluşturmuş ve neredeyse hiç aşınma meydana gelmemiştir. Ayrıca SEM ile WC-Co bilyaların deney numuneleri ile kontak noktasının morfolojisi incelendiğinde, kayma esnasında meydana gelen aşınma parçacıkları ve yer değiştirmiş bazı aşınma partikülleri gözlemlenmiştir.

➤ SEM ile WC-Co bilyaların deney numuneleri ile kontak noktasının morfolojisi incelendiğinde, kayma esnasında meydana gelen aşınma parçacıkları ve yer değiştirmiş bazı aşınma partikülleri gözlemlenmiştir.

➤ R2'e ait kaplama parametrelerinde büyütülen filmin aşınma izlerinin SEM görüntüleri incelendiğinde geniş ve derin aşınma izi gözlemlenmektedir ki bu da aşınmanın ne kadar fazla olduğunu, filmin şiddetli bir aşınmaya maruz kaldığının göstergesidir.

## 5.2. Öneriler

Bu çalışma sonucunda, Taguchi  $L_4(3^2)$  deney tasarımı kullanılarak kaplanmış Ti-DLC filmlerin mikro yapı, mekanik ve tribolojik özellikleri üzerinde farklı parametrelerin etkili olduğu gözlemlenmiştir. Yüksek sertliğe sahip Ti-DLC filmlerin farklı ortamlarda tribolojik özellikleri iyileştirdiği ve buna bağlı olarak uygun parametrelerle istenilen düşük sürtünmeye sahip ve aşınmaya dayanıklı filmler elde edilebileceği düşünülmektedir. Böylece elde edilen Ti-DLC filmlerin, DLC filmler gibi mikro-elektromekanik cihazlar (MEMs), dişliler, yataklar ve diğer hareket eden mekanik aksam, otomotiv uygulamaları, biyotıp protezler ve kesici takımlarda vb. uygulamalarda kullanılabileceği öngörülmektedir.

**KAYNAKLAR**

- Aisenberg, S. and Chabot, R., 1971. Ion Beam Deposition of Thin Films of Diamondlike Carbon. *Journal of applied physics*, 42 (7), 2953-2958.
- Arnell, R., 1993. Control of mechanical and structural properties of coatings deposited using unbalanced magnetrons. *Surface and Coatings Technology*, 59 (1-3), 105-109.
- Arnell, R. D. and Kelly, P. J., 1997. Recent Developments in Magnetron Sputtering Systems, *Advances in Surface Engineering, Vol.II: Process Technology*, Edited by: Datta, P. K., Burnell-Gray, J. S., 4th International Conference on Advances in Surface Engineering, 19-30.
- Arnell, R. and Kelly, P., 1999. Recent advances in magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, 112 (1-3), 170-176.
- Arslan, E., Totik, Y., Efeoglu, I., 2012. The investigation of the tribocorrosion properties of DLC coatings deposited on Ti6Al4V alloys by CFUBMS. *Progress in Organic Coatings*, 74 (4), 768-771.
- Baran, Ö., 2007. Kapalı Alan Dengelenmemiş Magnetron Sıçratma (CFUBMS) Yöntemi ile Büyütülmüş MoS<sub>2</sub>-Nb Kompozit Filmlerin Farklı Ortamlarda Tribolojik Özelliklerinin Araştırılması. Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Erzurum.
- Bewilogua, K., Cooper, C., Specht, C., Schröder, J., Wittorf, R. and Grischke, M., 2000. Effect of target material on deposition and properties of metal-containing DLC (Me-DLC) coatings. *Surface and Coatings Technology*, 127 (2-3), 223-231.
- Bewilogua, K., Wittorf, R., Thomsen, H. and Weber, M., 2004. DLC based coatings prepared by reactive dc magnetron sputtering. *Thin solid films*, 447, 142-147.
- Bhushan, B., and Gupta, K.B., 1991. *Handbook of Tribology :materails, coatings and surface treatments*, USA, 1140.
- Bozkurt, T., 2006. TiN, TiAlN ve AlTiN Kaplamaların aşınma Performanslarının İncelenmesi ve Farklı Altlık Malzemede TiN Kaplamanın Etkisinin Araştırılması. Gebze İleri teknoloji Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Gebze.
- Bunshah, R.F., 2001. *Handbook of hard coatings: deposition technologies, properties and applications*. William Andrew Publishing.
- Bülbül, F., 2006. Darbeli-DC Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemi İle Kaplanan TiB<sub>2</sub> ve Me-DLC Filmlerin Mekanik, Yapısal ve Tribolojik Özelliklerinin Araştırılması. Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Erzurum.
- Cansever, N., 2001. Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemlerinde Son Gelişmeler, *Mühendis ve Makine*, Sayı:469, 18-23.
- Camino, D., Jones, A., Mercks, D. and Teer, D., 1999. High performance sputtered carbon coatings for wear resistant applications. *Vacuum*, 52 (1-2), 125-131.
- Chowdhury, S., Laugier, M. and Rahman, I., 2004. Characterization of DLC coatings deposited by rf magnetron sputtering. *Journal of materials processing technology*, 153, 804-810.
- Çalışkan, H., Kurbanoğlu, C. And Çolak, O., 2010. Yüksek Güç Darbeli Magnetron Sıçratma ile Kaplama Üretimi ve Kesici Takımlar Üzerinde Uygulamaları. *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 7 (4), 57-71.

- Dearnaley, G. and Arps, J.H., 2005. Biomedical applications of diamond-like carbon (DLC) coatings: A review. *Surface and Coatings Technology*, 200 (7), 2518-2524.
- Deng, J. and Braun, M., 1996. Residual stress and microhardness of DLC multilayer coatings. *Diamond and related materials*, 5 (3-5), 478-482.
- Donnet, C., Fontaine, J., Le Mogne, T., Belin, M., Héau, C., Terrat, J., Vaux, F. and Pont, G., 1999. Diamond-like carbon-based functionally gradient coatings for space tribology. *Surface and Coatings Technology*, 120, 548-554.
- Donnet, C. and Erdemir, A., 2004. Solid lubricant coatings: recent developments and future trends. *Tribology letters*, 17 (3), 389-397.
- Erdemir, A., Fenske, G., Terry, J. and Wilbur, P., 1997. Effect of source gas and deposition method on friction and wear performance of diamondlike carbon films. *Surface and Coatings Technology*, 94, 525-530.
- Erdemir, A., 2004. Genesis of superlow friction and wear in diamonlike carbon films. *Tribology International*, 37, 1005-1012.
- Goldsmith, J., Sutter, E., Moore, J., Mishra, B. and Crowder, M., 2005. Microstructure of amorphous diamond-like carbon thin films and changes during wear. *Surface and Coatings Technology*, 200 (7), 2386-2390.
- Gupta, P., 2003, *Synthesis, Structure and Properties of Nanolayered DLC/DLC Films*. B.E., Panjab University. Master of Science in Engineering Sicence, India.
- Holmberg, K., Ronkainen, H. and Matthews, A., 2009. *Coatings Tribology: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Enginnering*. Elsevier, 442 p, Amsterdam, Netherlands.
- Kelesoglu, E. and Mitterer, C., 1998. Structure and properties of TiB<sub>2</sub> based coatings prepared by unbalanced DC magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, 98 (1-3), 1483-1489.
- Keleşoğlu, E., 2011. *Sert Kaplamalar Üretim Teknikleri ve Özellikleri*, 121 s, İstanbul.
- Kelly, P.J., Armell, R. D., Ahmed, W., 1993. Some Recent Applications of Materials Deposited by Unbalanced Magnetron Sputtering. *Surface Engineering*, 9(4), 287-291.
- Kelly, P.J. and Arnell, R.D., 2000. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications. *Vacuum*, 56 (3), 159-172.
- Kim, Y.T., Cho, S.M., Choi, W.S., Hong, B., Yoon, D.H., 2003. Depedence of the bonding structure of DLC thin films on the deposition conditions of PECVD method. *Surface and Coatings Technology*, 169-170, 291-294.
- Kim, H., Jung, D., Park, B., Yoo, K., Lee, J. and Joo, J., 2005. The effect of the substrate bias voltage and the deposition pressure on the properties of diamond-like carbon produced by inductively coupled plasma assisted chemical vapor deposition. *Surface and Coatings Technology*, 193 (1-3), 255-258.
- Kurt, M., 2006. *304L Paslanmaz Çelik Üzerine DLC (Diamond Like Carbon) Kaplanması: Mekanik-Tribolojik Özelliklerinin Araştırılması*. Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Erzurum.
- Liu, Y., Erdemir, A. and Meletis, E., 1996. An investigation of the relationship between graphitization and frictional behavior of DLC coatings. *Surface and Coatings Technology*, 86, 564-568.



- Losbichler, P. and Mitterer, C., 1997. Non-reactively sputtered TiN and TiB<sub>2</sub> films: influence of activation energy on film growth. *Surface and Coatings Technology*, 97 (1-3), 567-573.
- Meneve, J., Havermans, D., Vercammen, K., Haefke, H., Gerbig, Y. and Pflügler, E., 2001. Mechanical Properties and Tribological Behaviour of State of the Art Diamond Like Carbon Coatings. *Advanced Engineering Materials*, 3 (3), 163-166.
- Michler, T., Grischke, M., Traus, I., Bewilogua, K. and Dimigen, H., 1998. Mechanical properties of DLC films prepared by bipolar pulsed DC PACVD. *Diamond and related materials*, 7 (9), 1333-1337.
- Mikami, T., Nakazawa, H., Kudo, M. and Mashita, M., 2005. Effects of hydrogen on film properties of diamond-like carbon films prepared by reactive radio-frequency magnetron sputtering using hydrogen gas. *Thin solid films*, 488 (1-2), 87-92.
- Monaghan, D. and Arnell, R., 1992. Novel PVD films by unbalanced magnetron sputtering. *Vacuum*, 43 (1-2), 77-81.
- Musil, J., 1998. Recent advances in magnetron sputtering technology. *Surface and Coatings Technology*, 100, 280-286.
- Myung, H.S., Park, Y.S., Jung, M.J., Hong, B. and Han, J.G., 2004. Synthesis and mechanical properties of amorphous carbon films by closed-field unbalanced magnetron sputtering. *Materials Letters*, 58 (9), 1513-1516.
- Narasimhan, K., Boppana, S.P., Bhat, D.G., 1995. Development of a graded TiCN coating for cemented carbide cutting tools-a desing approach. *Wear*, 188, 123-129.
- Özkömür, A., 2008. Elmas Benzeri Karbon Kaplamanın İmplant Üstyapı Parçaları Galvanik Korozyona Etkinliğinin İncelenmesi. Çukurova Üniversitesi. Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tez Çalışması, Adana.
- Rincon, C., Zambrano, G., Carvajal, A., Prieto, P. and Galindo, H., 2001. Tungsten carbide/diamond-like carbon multilayer coatings on steel for tribological applications. *Surface and Coatings Technology*, 148 (2-3), 277-283.
- Salvadori, M., Martins, D. and Cattani, M., 2006. DLC coating roughness as a function of film thickness. *Surface and Coatings Technology*, 200 (16-17), 5119-5122.
- Schenkel, M., Martinez, M.D., Pei, Y.T., Hosson, D.J.Th.M., 2011. Tribological performance of DLC films deposited on ACM rubber by PACVD. *Surface and Coatings Technology*, 205, 4838-4843.
- Siow, P.C., Ghani, J.A., Ghazali, M.J., Jaafar, T.R., Selamat, M.A., Haron, C.H.C., 2013. Characterization of TiCN and TiCN/ZrN coatings for cutting tool application. *Ceramics International*, 39 (3), 1293-1298.
- Sproul, W.D., 1996. Physical vapor deposition tool coatings. *Surface and Coatings Technology*, 81 (1), 1-7.
- Ueng, H., Guo, C. and Dittrich, K.H., 2006. Development of a hybrid coating process for deposition of diamond-like carbon films on microdrills. *Surface and Coatings Technology*, 200 (9), 2900-2908.
- Voevodin, A. and Zabinski, J., 1998. Superhard, functionally gradient, nanolayered and nanocomposite diamond-like carbon coatings for wear protection. *Diamond and related materials*, 7 (2-5), 463-467.

- Wang, D.Y., Chang, C.L. and Ho, W.Y., 1999. Characterization of hydrogen-free diamond-like carbon films deposited by pulsed plasma technology. *Thin solid films*, 355, 246-251.
- Wang, D.Y., Chang, Y.Y., Chang, C.L. and Huang, Y.W., 2005. Deposition of diamond-like carbon films containing metal elements on biomedical Ti alloys. *Surface and Coatings Technology*, 200 (7), 2175-2180.
- Wei, Q., Sharma, A., Sankar, J. and Narayan, J., 1999. Mechanical properties of diamond-like carbon composite thin films prepared by pulsed laser deposition. *Composites Part B: Engineering*, 30 (7), 675-684.
- Yang, S., Jones, A. and Teer, D., 2000. The development of sputtered carbon based coatings incorporating Cr, Ti, B and N. *Surface and Coatings Technology*, 133, 369-375.
- Ye, J., Ulrich, S., Sell, K., Leiste, H., Stüber, M., Holleck, H., 2003. Correlation between plasma particle fluxes, microstructure and properties of titanium diboride thin films. *Surface and Coatings Technology*, 174-175, 959-963.
- 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 (21), 7294-7298.
- Yılmaz, S.O., Güler, S.H. and Yaz, M., 55Cr4 Çeliğinin Jel Borlama Yöntemi ile Yüzeyinin kaplanması *Surface Coatings of 55Cr4 Stell by Jell Technique*.
- Zhang, S., Fu, Y., Du, H., Zeng, X. and Liu, Y., 2003. Magnetron sputtering of nanocomposite (Ti, Cr) CN/DLC coatings. *Surface and Coatings Technology*, 162 (1), 42-48.

## **ÖZGEÇMİŞ**

1987 tarihinde Ordu'da doğdu. İlköğrenimini Ordu 19 Eylül İlköğretim Okulu'nda, ortaokulu Hamdullah Suphi Tanrıöver İlköğretim Okulu'nda, lise öğrenimini Özel Ordu Fen Lisesi'nde tamamladı. 2005 yılında girdiği Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü'nden 2009 yılında mezun oldu. 2009 yılında Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans öğrenimine başladı.