

**TiBN KAPLAMA İNCE FİLMİN  
YAPISAL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN  
İNCELENMESİ**

**Hikmet ÇİÇEK**

**Y. Lisans Tezi**

**Makine Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU**

**2009**

**Her hakkı saklıdır**

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Y. LİSANS TEZİ

**TİBN KAPLAMA İNCE FİLMİN YAPISAL VE MEKANİK  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Hikmet ÇİÇEK

MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ERZURUM

2009

Her hakkı saklıdır

Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU'nun danışmanlığında, Hikmet ÇİÇEK tarafından hazırlanan bu çalışma 21/08/09 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makina Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

İmza : 

Üye : Doç. Dr. Yaşar TÖTK

İmza : 

Üye : Yrd. Doç. Dr. Ersin ARSLAN

İmza : 

Üye :

İmza :

---

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof. Dr. Ömer AKBULUT  
Enstitü Müdürü

## ÖZET

Y. Lisans Tezi

### TiBN KAPLAMA İNCE FİLMİN YAPISAL VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Hikmet ÇİÇEK

Atatürk Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

TiBN kaplamalar, ultra sert kaplamalar için ümit verici özellikler göstermektedir. Sert kaplamaların en büyük dezavantajı film-taban malzeme adezyonunun yeterince güçlü olmamasıdır. TiBN kaplamaların gösterdiği yüksek adezyon ve sertlik değerleri bu filme olan ilgiyi artırmıştır. Bu çalışmada; dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma yöntemiyle büyütülen TiBN filmlerin yapısal ve mekanik özellikleri incelenmiştir. TiBN filmler AISI D2 soğuk iş takım çeliği ve cam levhalar üzerine CFUBMS yöntemi ile kaplanmıştır. Filmlerin yapısal özellikleri XRD ve SEM cihazları ile analiz edildi. Mekanik özelliklerin tespiti için mikrosertlik ve nanosertlik cihazları kullanıldı. Kaplamaların adezyon (yapışkanlık) özellikleri scratch (çizik) test cihazı ile analiz edildi. Elde edilen sonuçlar değişken kaplama parametrelerine (azot akış oranı, çalışma basıncı, taban malzemeye uygulanan voltaj) göre değerlendirildi. Sıçratma yöntemi ile kaplanan TiBN filmler yoğun ve kolonsal bir yapı sergilediler. D2 soğuk iş takım çeliği üzerine büyütülen TiBN filmlerde baskın olarak TiB<sub>2</sub> (101) fazı, daha az belirgin olan TiN (200) ve yansıma vermeyen amorf BN fazları elde edildi. Scratch (çizik) test sonucu filmlerden elde edilen en yüksek kritik yük değeri (L<sub>c</sub>) yaklaşık 102N olarak tespit edildi. Azot akış oranının düşük olduğu kaplama şartlarında en yüksek sertlik değerleri ve en yüksek elastiklik modülü değerleri elde edildi. Bununla birlikte sabit bias değerlerinde azot gazı akış oranı arttıkça filmin kalınlığının arttığı gözlemlendi ve en yüksek film kalınlığı 2 µm olarak 0,22 azot akış oranında elde edildi.

**2009, 68 sayfa**

**Anahtar Kelimeler:** Adezyon, TiBN, sert kaplamalar, nanosertlik, mikrosertlik

## ABSTRACT

MS Thesis

### THE INVESTIGATION OF STRUCTURAL AND MACHENICAL PROPERTIES OF TiBN THIN COATINGS

Hikmet ÇİÇEK

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

Supervisor: Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

TiBN coatings shows encouraging properties for ultra hard coatings. The greatest disadvantage of hard coatings is not strong enough adhesion between film-substrate. High adhesion and hardness of TiBN coatings increased interest in this films. In this study, we investigated structural and machanical properties of TiBN coatings that deposited by CFUBMS. TiBN films were deposited on AISI D2 cold work tool steel and silicon wafers by CFUBMS. The structural properties of films were analyzed by XRD and SEM. For determination of mechanical properties were used micro hardness and nano hardness tester. Adhezyon properties of coatings are analyzed with scratch tester. TiBN films deposited by sputtering exhibited dense and a columnar structure. From TiBN films at the nanocomposite structure were obtained TiB<sub>2</sub> (101) phase as dominant, TiN(200) as less specific and amorphous BN phases does not reflect. The highest critical load obtain with scratch test results were identified as 102N. The highest hardness and highest elastic module values were obtained at the lowest nitrogen flow rate. However, at he same bias voltage, the thickness of the film increasing when the nitrogen flow rate increase and the highest film thickness was found as 2 $\mu$  at the 0,22 nitrogen flow rate.

**2009, 68 pages**

**Keywords:** Adhesion, TiBN, Hard Coatings, Nanohardness, Microhardness

## TEŐEKKÜR

Yüksek lisans tezimin her aşamasında bana yardımcı olan ve yol gösteren değerli hocam Sayın Prof. Dr. İhsan EFEOĐLU'na teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım sırasında benden yardımlarını esirgemeyen Sayın Prof. Dr. Ayhan ÇELİK'e, Sayın Yrd. Doç. Dr. Fatih YETİM'e ve Sayın Öğretim Görevlisi Özlem BARAN'a, 9 Eylül Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümüne ve Atatürk Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümüne şükranlarımı sunarım.

Bana her zaman maddi ve manevi destek veren aileme teşekkür ederim.

Yüksek lisansım boyunca beni destekleyen TÜBİTAK'a teşekkür ederim.

Hikmet ÇİÇEK

Ağustos 2009

## İÇİNDEKİLER

ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	ii
TEŞEKKÜR .....	iii
SİMGELER DİZİNİ .....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	x
<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>2. KURAMSAL TEMELLER.....</b>	<b>9</b>
2.1. Sert Kaplamalar .....	9
2.2. Buhar Fazında Kaplama Yöntemleri .....	12
2.3. Fiziksel Buhar Kaplama.....	13
2.3.1. Sıçratma yöntemleri .....	15
2.4. İnce-Kalın Filmlerin Mekanik Özellikleri İçin Adezyon (yapışkanlık) test yöntemleri .....	19
2.4.1. Scratch test .....	21
2.4.2. Indentation test .....	25
2.4.3. Diğer test yöntemleri.....	28
<b>3. MATERYAL ve YÖNTEM.....</b>	<b>34</b>
3.1. Materyal .....	34
3.2. Kaplama .....	34
3.3. Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi.....	36
3.3.1. Optik mikroskop ve SEM çalışmaları.....	36
3.3.2. XRD çalışmaları .....	38
3.4. Mekanik Özelliklerinin Test Edilmesi .....	38
3.4.1. Mikrosertlik ölçümleri .....	38
3.4.2. Nanosertlik ölçümleri.....	39
3.4.3. Adezyon ölçümleri.....	40
3.4.3.a. Indentation test.....	40
3.4.3.b. Scratch (çizik) test.....	40

<b>4. ARAŞTIRMA BULGULARI</b> .....	42
4.1. Filmin Yapısal Özellikleri.....	42
4.1.1. Film yapısı ve kalınlığı.....	42
4.1.2. XRD sonuçları .....	44
4.2. Filmin Mekanik Özellikleri.....	46
4.2.1. Mikrosertlik sonuçları .....	46
4.2.2. Nanosertlik sonuçları .....	48
4.2.3. Adezyon test sonuçları.....	51
4.2.3.a. Indentation test sonuçları.....	51
4.2.3.b. Scratch (çizik) test sonuçları.....	52
<b>5. SONUÇ</b> .....	64
<b>KAYNAKLAR</b> .....	66
<b>ÖZGEÇMİŞ</b> .....	69



## SİMGELER DİZİNİ

A	Akım Birimi, Amper
$\text{Å}$	Angstrom
eV	Elektro volt
$f$	Frekans
$L_c$	Kritik Yük
$\Lambda$	Dalga boyu
$\mu$	Sürtünme Katsayısı
$\theta$	Kırınım Açısı
Ra	Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü
T	Peryot
V	Gerilim birimi, Volt

## KISALTMALAR

AE	Akustik Emisyon
CFUBMS	Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma
MTCVD	Orta sıcaklıkta kimyasal buhar kaplama
CVD	Kimyasal Buhar Kaplama
DC	Doğru akım
EDS	Enerji Dağılım Spektrometre
PVD	Fiziksel Buhar Kaplama
SEM	Taramalı Elektron Mikroskop
XRD	X Işını Kırınım ölçer

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Çok fazlı (multiphase) kaplamalarda, ara yüzeylerde ya da taban malzeme kaplama ara yüzeyinde görülen farklı oluşumlar .....	11
Şekil 2.2. Sıçratma ile fiziksel buhar kaplama.....	15
Şekil 2.3. a) düzlemsel magnetron b) silindir magnetron.....	17
Şekil 2.4. Dengelenmiş ve dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma .....	18
Şekil 2.5. Kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma .....	19
Şekil 2.6. Scratch test.....	21
Şekil 2.7. Scratch (çizik) testte oluşan bir iz.....	23
Şekil 2.8. Scratch testte oluşan ilk çatlaklar.....	24
Şekil 2.9. Scratch testte oluşan ikinci tür çatlaklar.....	24
Şekil 2.10. Scratch testte oluşan üçüncü tür çatlaklar .....	25
Şekil 2.11. Indentation test.....	25
Şekil 2.12. Vickers ucun bıraktığı iz ve çatlaklar.....	28
Şekil 2.13. Four-point test.....	29
Şekil 2.14. Pull-of test.....	30
Şekil 2.15. (a) ve (b) Akustik resimleme .....	31
Şekil 2.16. Lazer tekniği .....	31
Şekil 2.17. Impact test.....	32
Şekil 2.18. Yükleme çevrim sayısı-impact force grafiği .....	33
Şekil 3.1. Teer CFUBMS sistemi.....	36
Şekil 3.2. Optik mikroskop .....	37
Şekil 3.3. Taramalı elektron mikroskobu.....	37
Şekil 3.4. X ışını kırınım ölçer .....	38
Şekil 3.5. Mikrosertlik cihazı .....	38
Şekil 3.6. Nonosertlik cihazı .....	39
Şekil 3.7. Indention test cihazı .....	40
Şekil 3.8. Scratch test cihazı .....	41
Şekil 4.1. TiBN filmlerin kalınlık değerleri.....	42
Şekil 4.2. TiBN filmlerin kesit resimleri .....	43

<b>Şekil 4.3.</b> TiBN filmlerin XRD spektrumları.....	45
<b>Şekil 4.4.</b> TiBN filmlerin mikrosertlik-N/Ar oranı grafiği .....	47
<b>Şekil 4.5.</b> TiBN kaplama ince filmin mikrosertlik iz görüntüsü .....	48
<b>Şekil 4.6.</b> 8. deney şartlarında elde edilen TiBN filmin yük – derinlik grafiği .....	49
<b>Şekil 4.7.</b> 8. deney şartlarında elde edilen TiBN filmin derinlik – zaman grafiği .....	49
<b>Şekil 4.8.</b> TiBN filmlerin yük – nanosertlik grafiği .....	50
<b>Şekil 4.9.</b> TiBN filmlerin yük-elastiklik modülü grafiği .....	50
<b>Şekil 4.10.</b> 50gf altında yapılan indentation adezyon test resimleri.....	51
<b>Şekil 4.11.</b> TiBN filmlerin Lc (kritik yük) – N/Ar akış oranı grafiği.....	53
<b>Şekil 4.12. a,b,c ve d.</b> TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R1).....	55
<b>Şekil 4.13. a,b,c ve d.</b> TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R2).....	56
<b>Şekil 4.14. a,b,c ve d.</b> TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R3).....	57
<b>Şekil 4.15. a,b,c ve d.</b> TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R4).....	58
<b>Şekil 4.16. a,b,c ve d.</b> TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R5).....	59
<b>Şekil 4.17. a,b,c ve d.</b> TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R6).....	60
<b>Şekil 4.18. a,b,c ve d.</b> TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R7).....	61
<b>Şekil 4.19. a,b,c ve d.</b> TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R8).....	62
<b>Şekil 4.20. a,b,c ve d.</b> TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R9).....	63

## ÇİZELGELER DİZİNİ

<b>Çizelge 1.1.</b> Yüzey mühendisliğinde kullanılan yöntemler .....	3
<b>Çizelge 2.1.</b> Buhar fazında yapılan kaplama teknikleri .....	12
<b>Çizelge 2.2.</b> Indentation test sonucunun sınıflandırılması .....	27
<b>Çizelge 3.1.</b> AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin ağırlıkça yüzde kimyasal bileşimleri....	34
<b>Çizelge 3.2.</b> Kaplama parametreleri .....	35
<b>Çizelge 4.1.</b> TiBN filmlerin mikrosertlik değerleri .....	46
<b>Çizelge 4.2.</b> TiBN filmlerin kritik yük (Lc) değerleri .....	53

## 1. GİRİŞ

İnsanođlu yüzyıllar önceden sürtünme ve aşınma ile ilgili problemlerle savaşımlı ve çözmeye çalışılmıştır. İlk kayıtlı tribolojik olay milattan önce 2400 yılında Mısır da bir duvar resminde bulunan Ti adlı kralın heykelinin taşınmasıdır. Bu resimde tribolojist, heykelin üzerinde taşındığı kızaklara yağlayıcı bir sıvı (muhtemelen su) sağlamaktadır. Bu yağlayıcı sayesinde 60 tonluk heykeli taşımak için gereken insan sayısı 172'ye düşürülmüştür. Herhangi bir yağlayıcı kullanılmadığı takdirde bu iş için gerekli insan sayısı iki katına çıkmaktadır. Yüzey sertleştirilmesinin ilk örneklerine ise milattan önce 1400 yılında rastlanmaktadır. Bu dönemde madenlerde demiri ayırıştırma işlemi başlamıştır. Bu saf haliyle bronzdan bile daha düşük özelliklere sahipti, fakat insanlar zaman içinde demiri ısıtarak ve çekiçle döverek şekillendirmeyi ve daha sert metal-çelik üretmeyi öğrendiler. Kömür ocaklarında işlenen demir, kömürün yanmasından kaynaklanan karbürlerden dolayı bünyesine karbon absorbe etmekte ve sertleşmektedir (Berger 2001 a).

Herhangi bir yüzey işlemi görmemiş ham haldeki demir esaslı ve demir esaslı olmayan metal ve alaşımları, seramikler, sermetler (seramik+metal) ve polimerler gibi birçok malzeme, düşük sürtünme ve yüksek aşınma direnci sergilemesi için alaşımlama, karıştırma, kompozit yapma ve yüzey serleştirme gibi işlemlere tabi tutulmaktadır. Seramikler ve sermetler, dayanım ve tokluk açısından tatmin edici sonuçlar verdiği için sürtünme ve aşınmaya dirençli malzemeler olarak birçok tribolojik uygulamada kullanılmaktadır. Yüzey kaplama ve işlemlerinin, asgari maliyetle birlikte, sünek içyapı ve sert bir yüzey yapısı ortaya koyması arzu edilir (Bhushan and Gupta 1991).

İlk defa 1966'da Triboloji bir bilim sahası olarak ifade edilmiştir. Kelime kökü olarak triboloji, yunan dilinde sürtünme anlamına gelen '*tribos*' tan gelmektedir. Tribolojik konulara olan ilginin en çok arttığı dönem endüstriyel devrimin başladığı dönem olarak bilinmektedir. İnsan yapımı bütün makinelerin sürtünmeye maruz kaldığı bu dönemde anlaşılmaya başlanmıştır (Berger 2001 b).

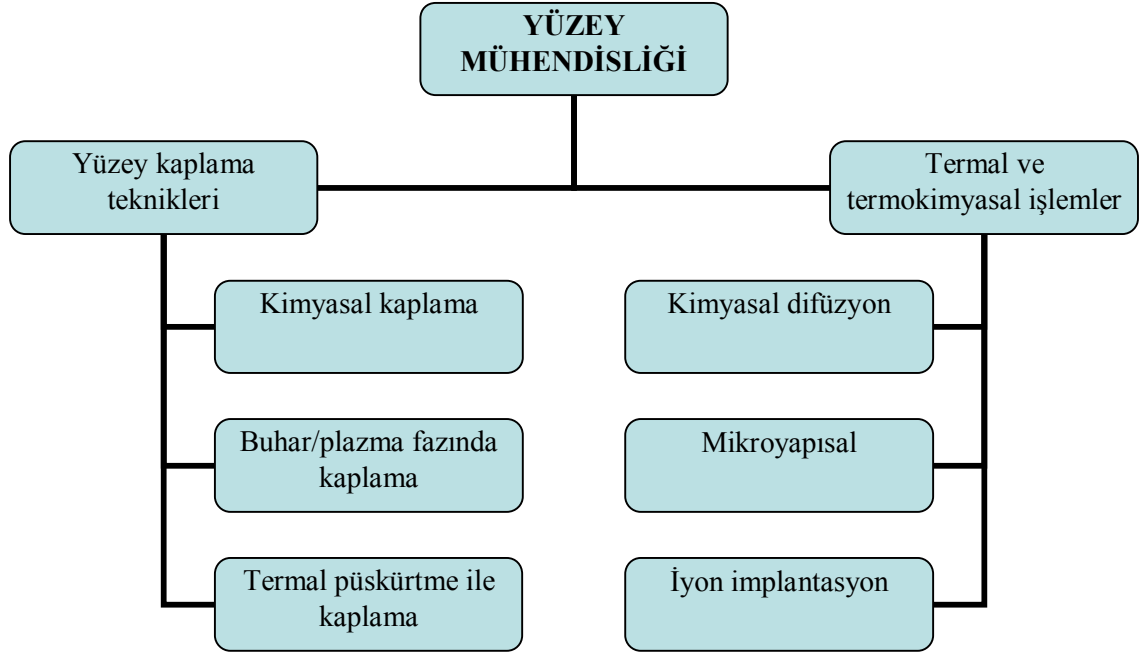
Birbirileri ile temasta olan ve birbirine göre rölâtif hareket eden iki makine elemanının temas yüzeyleri arasında sürtünmeye bağlı olarak; aşınma, sıcaklık artışı ve enerji kaybı meydana gelmektedir. Bu tür sürtünme, aşınma ve yağlama olgularını inceleyen bilim dalına Triboloji denir. Triboloji 1967'de Organization for Economic Cooperation and Development (OECD) komitesi tarafından tanımlanan yeni bir bilim dalı olmuştur.

Temelde tribolojinin tabiatı multi disiplindir. Triboloji, geleneksel bilimler olan kimya, fiziki mekanik vb. bilimlerin problemleriyle de ilişkilidir. Buradan da anlaşılacağı üzere tribolojik temasların tam manasıyla anlaşılması oldukça zordur (Berger 2001 c).

Son yirmi yıldır makine elemanlarını ve takım malzemelerini ince ve sert seramik kaplama ile kaplayarak mekanik ve tribolojik özellikleri iyileştirmek için çalışmalar yapılmaktadır. Bu kaplamaların geliştirilmesine yönelik hedefler, sertliği ve tokluğu daha yüksek, daha düşük sürtünme ve aşınma özelliklerine sahip, işlenmesi ve şekillenmesi zor malzemeleri işleyecek ve şekillendirebilecek özellikte ve kesme işlemi sırasında kesme sıvısı kullanımını gerektirmeyecek kaplamalar şeklinde özetlenebilir. Bu amaçlara yönelik olarak yeni tür seramik filmlerin geliştirilmesi, farklı film türlerini beraber kullanarak kompozit yapıda kaplamaların yapılması ve sert filmlerin üzerine sürtünmeyi azaltıcı filmler kaplanması konusunda çalışmalar yapılmaktadır.

Yüzey mühendisliği uygulamaları temelde iki ana gruba ayrılmaktadır. Bunlar, yüzey kaplama teknikleri, termal ve termokimyasal işlemlerdir. Son zamanlarda bu ikisinin beraber kullanıldığı dublex işlemlerde geliştirilmektedir. Yüzey kaplama teknikleri; kimyasal kaplama, buhar/plazma fazında kaplama ve termal püskürtme ile kaplama olarak alt dallara ayrılmaktadır. Termal ve termokimyasal işlemler ise; kimyasal difüzyon, mikro yapısal işlemler ve iyon implantasyon alt dallarından oluşmaktadır. Çizelge 1. 1'de yüzey mühendisliği genel bir şekilde gruplandırılmıştır.

**Çizelge 1.1.** Yüzey mühendisliğinde kullanılan yöntemler



Çalışma sırasında sürtünme, aşınma ve korozyon gibi hasarlara maruz kalan bir makine elemanının dayanımı ve ömrünün artırılması, ancak uygun malzeme seçimi ve/veya uygun bir yüzey işlemi (termal işlemler, kaplama ve/veya *dublex* işlemler) ile mümkündür. Uygun seçilen yüzey işlemleri, tasarım ve malzeme seçiminde de büyük esneklik sağlar (Bhushan and Gupta 1991).

Günümüzde farklı yüzey kaplama yöntemleri ile üretilen sert kaplamalar, düşük sürtünme ve özellikle aşınma direnci ihtiyacını önemli ölçüde karşılamaktadır. Sert kaplamalar, metal ve alaşımlarından elmasa kadar geniş bir malzeme sınıfını kapsamaktadır. Özellikle yüksek ergime noktası, yüksek sertlik, yüksek aşınma direnci, elektrik ve ısı iletkenlik gibi üstün özellikler sergileyen geçiş metal oksitleri, karbürleri, nitrürleri, borürleri ve silisitleri gibi sert seramik kaplama türleri, herhangi bir bozunma göstermeden yüksek yüklemeye, yüksek hız ve yüksek sıcaklıklara uzun zaman dayanabilmekte ve birçok tribolojik elemanın aşınma direncini artırmaktadır. Sert kaplamaların kullanımı, her geçen gün hemen hemen her sanayi kolunda yerini bulmakta, enerji ve malzeme tasarrufu açısından da büyük katkılar sağlamaktadır (Musil *et al.* 1989; Bhushan and Gupta 1991; Mitterer *et al.* 2000; Stoiber *et al.* 2001).



Bir kaplama malzemesinin çalıştığı tribolojik ortamda başarılı olabilmesi için birkaç farklı özelliğe sahip olması gerekir. Bunlardan bazıları; taban malzemeye olan adezyonunun iyi olması, beraber çalıştığı benzer kaplama malzemeleri ile yapışma eğiliminin düşük olması, iyi abraziv aşınma direnci (yüksek sertlik), yüksek termal ve kimyasal kararlılık ve yüksek yorulma tokluğudur. Bu tür kaplamaların yapıldığı en yaygın metotlar fiziksel buhar kaplama (PVD) ve kimyasal buhar kaplama (CVD)'dir. Bu yöntemlerle yapılan kaplamalar genellikle ince kaplamalardır. PVD ile yapılan kaplamaların kalınlıkları çok farklı değerlerde olmakla birlikte 1-5 mikrometre arasında, CVD ile yapılan kaplamalar 4-20 mikrometre arasında olmaktadır. PVD yöntemi ile, aşınma dirençli kaplamalar için, kesici takımlar üzerine, titanyum nitrür (TiN), titanyum karbonitrür (TiCN), ve titanyum alüminyum nitrür (Ti,Al)N vb. kaplamalar yapılmaktadır. Bu elementlere bazen Zr, Nb ve Cr da eklenmektedir. CVD yöntemi ile yapılan kaplamalar ise genelde TiN, Ti(C,N), TiC ve alümina dır (Berger 2001 d).

PVD ile CVD arasındaki diğer bir fark ise kaplama sıcaklığıdır. PVD de kaplama sıcaklığı 150–450°C arasında iken CVD de bu sıcaklık 1000°C lere kadar çıkmaktadır. Son zamanlarda CVD nin bir çeşidi olan MTCVD popüler olmaya başlamıştır. MTCVD nin açılımı ise orta sıcaklıkta kimyasal buhar kaplama (moderate temperature)'dir. Bu yöntemde kaplama sıcaklığı 700–900°C arasında değişmektedir. PVD ile daha düşük sıcaklıklarda kaplama yapılması geniş bir yelpazedeki malzemelerin termal hasar görmeden kaplanmasına olanak sağlamaktadır. CVD kaplamanın en büyük avantajı karmaşık geometrili parçaların üniform olarak kaplanabilmesidir. Diğer bir avantajı ise, kaplama sıcaklığı yüksek olduğu için termal etki nedeniyle adezyonunda yüksek olmasıdır. Bu ise kaplamanın yüzey kontrollü kimyasal reaksiyonlarla meydana gelmesinden kaynaklanmaktadır. PVD ise daha çok, görüş alanına giren yüzeyleri kaplamaktadır. PVD yönteminin bir avantajı ise, bu proseste kaplama atom atom inşa edildiği için termodinamik kurallar dondurulabilmekte ya da geçersiz hale gelebilmektedir. Diğer bir avantajı ise PVD yöntemi ile yapılan kaplamalarda oluşan kalıntı gerilmelerin kontrol edilebilmesidir. Örneğin CVD ile kaplanan bir filmde çeki gerilmeleri oluşurken, PVD ile kaplandığında bası gerilmeleri oluşturulabilmektedir.

Makine elemanlarını ve parçalarını aşınmaya karşı korumak için TiN, TiCN, TiAlN gibi sert kaplamalar günümüzde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte sert partiküllerle güçlendirilmiş malzemelerde aşınma dirençli olarak kullanılmakta idi. Daha sonra ultra sert kaplamaların üretilmesiyle, elmas benzeri veya kübik boronitür gibi kaplamalar araştırmaların odağı haline gelmiştir. Oluşturulan bu kristal yapılar yüksek yoğunlukta kalıntı gerilmeler içermektedir. Buna karşın bu filmler mekanik uygulamalar için düşük adezyon (yapışkanlık) göstermektedirler. Ti-B-N kaplama ile ilgili çalışmalar yapılmış ve ultrasert kaplamaların oluşturulabileceğinin ipuçlarına rastlanmıştır. Ti-B-N kaplamaların çoğu reaktif sıçratma yöntemi ile argon ve azot gaz karışımı için TiB<sub>2</sub> kullanılarak elde edilmiştir. Bazı çalışmalarda ise BN ve Ti hedefler kullanılmış ve ulaşılan maksimum sertlik 35 GPa olmuştur (Heau and Terrat 1998).

Geçiş metallerinin nitrürleri, kayda değer fiziksel ve mekanik özelliklerinden dolayı endüstriyel uygulamalar için dikkat çekici hale gelmiştir. Örneğin birçok kesici takımlar (matkap uçları vb.) titanyum nitrür (TiN) ile kaplanarak aşınma direnci yükseltilmektedir. Buna karşın zayıf termal kararlılık ve yapıda oluşan kusurlar gibi bazı eksiklikleri bulunmaktadır. Bununla birlikte, bor ve alüminyum gibi hafif metaller TiBN ve TiAlN formlarında oluşturularak yüksek sertlik, termal kararlılık ve korozyon direnci elde edilmiştir. Bor içeren kaplamalar yüksek sertliklerinden dolayı aşınmaya karşı çok iyi direnç göstermektedirler. Uygun miktarda azot ilavesiyle oluşan TiBN, TiN, TiB<sub>2</sub> ve BN fazlarından oluşmaktadır ve çok iyi tribo-kimyasal özellikler göstermektedir (Chu and Shen 2008).

Son zamanlardaki çalışmalar, aşınma ve korozyondan korunmak için yüksek sertlikteki kaplamalara yoğunlaşmıştır. Çalışılan farklı malzemeler arasında, bor temelli bileşikler, özellikle boron nitrür ümitvari sonuçlar vermektedir. Ancak bu filmler yüksek kalıntı gerilmeler içerdiği için genellikle çok kırılğan olmakta ve aşınma dirençli kaplama olarak kullanılamamaktadır. Daha iyi sonuçlar elde etmek için üçlü alaşımlar kullanılmaktadır. Bunlar içinde en çok çalışılanı ise Ti-B-N ve çeşitli kompozisyonlarıdır. Farklı çalışmalar yapılmasına rağmen Ti-B-N filmin nasıl büyüdüğü iyi anlaşılammıştır (Chaleix and Machet 1997). Karner (2001), bir PECVD

prosesi geliştirerek Ti-B-N kaplama yaptı ve 30 GPa sertliğe ulaştı. Daha sonra Ti-B-N kaplamalar daha düşük kaplama sıcaklıklarında yapıldı. Geçiş elementlerinin karbür ve borürleri, çok iyi fiziksel ve kimyasal özellikler sergilemesi sebebiyle, mikro elektronik ve makine mühendisliği gibi çok geniş bir sahada kullanım alanı bulmakta (Mayrhofer *et al.* 2003) ve özellikle koruyucu kaplama olarak titanyum nitrürler, karbürler ve borürler ya da onların karışım veya bileşikleri kullanılmaktadır (Kunc *et al.* 2003). Yaklaşık yirmi yılı aşkın bir süredir kullanılmakta olan TiN, hala sanayide sert kaplamalar olarak yaygın bir şekilde kullanılabilirliğini sürdürmektedir. Fakat ağır şartlarda (yüksek yükleme, yüksek sıcaklık gibi) çalışan temas yüzeylerinin oksidasyon ve aşınmaya dirençlerini daha da artırma gereksinimi, günümüz şartlarıyla ihtiyaç duyulduğu için, TiB<sub>2</sub> ve DLC (elmas benzeri karbon) gibi yeni tür kaplamaların gelişmesi ve kullanılması söz konusu olmuştur (Podgornik *et al.* 2003).

Saf TiB<sub>2</sub> kaplama çok yüksek sertlik göstermekle beraber çok kırılğan bir kaplamadır ve aşınma dirençli kaplama olarak kullanılamamaktadır. Buna ek olarak, kolonsal olarak büyüyen taneler (001) düzleminde baskın olarak büyüdüklerinden anizotropik özellik göstermektedirler ve tane sınırları yüzeye dik olduğu için yapı kısa çatlaklar gibi görünmekte ve tokluğu azaltılmaktadır. Kolonsuz bir yapı oluşturmak için uygulanan yöntemlerden biri fiziksel buhar kaplama (PVD) dir. Bu yöntemle üç boyutlu nanokristaller veya amorf yapı oluşturulabilmektedir. Bu tip multi elementli sistemlerin özellikleri, örneğin sertliği, geniş bir aralıkta değişmektedir (Wiedemann *et al.* 1999).

Çok sert malzemelere nazaran daha iyi adezyon ve daha düşük iç gerilmeler sergilemesi açısından alternatif bir malzeme olarak farklı kaplama yöntemleri ile Ti-B-N kaplamalar geliştirilmiştir (Heau *et al.* 1997; Heau *et al.* 1998; Shtansky *et al.* 2005; Garcia-Luis *et al.* 2005). Bu kaplamalarda Heau ve arkadaşları (1997) yüksek kalınlık ve düşük kaplama sıcaklığı olmasına rağmen çok iyi adezyona sahip (yaklaşık Lc=40N) kaplamalar elde etmişlerdir.

Günümüzde yüksek sıcaklık uygulamalarında yaygın olarak kullanılan sert kaplamalar, iyi mekanik ve yüksek sıcaklık kararlılığından dolayı nanokompozitler olarak

tasarlanmaktadır. Kaba taneli malzemelere göre nanokristal yapılar, genellikle yüksek sertlik, düşük elastisite modülü ve yüksek tokluk sergilerler. TiN ya da TiB<sub>2</sub> gibi tek fazlı nanokristal kaplamalar, çok daha yüksek ısıl kararlılıktan dolayı, normal çok kristalli nanokompozit yapıya geçme eğilimi gösterirler. Ti-B-N kaplamalar bu yapılara göre daha kararlı yapıdadır (Mayrhofer *et al.* 2003).

Aşınma dirençli uygulamalar için yüksek sertliğe sahip nano kristal filmlere olan ilgi giderek artmaktadır. Genelde sıcak şekillendirme, döküm, soğuk şekillendirme gibi işlemlerde koruyucu tabakalar yüksek sıcaklıklara maruz kalmakta ve termal yorulmalara uğramaktadır. Özellikle Ti-B-N tabakalar yüksek sertlik, çok iyi korozyon ve aşınma direnci ve yüksek termal stabiliteye sahip olduğunu göstermiş ve birçok endüstriyel uygulamalarda kullanılmaya başlanmıştır. TiB<sub>2</sub> kaplamalar sahip olduğu özelliklere karşın (yüksek sertlik, iyi abrazyon ve kayma aşınma direnci ve sıvı alüminaya karşı yüksek inertlik) hegzogonal yapıda kuvvetli kovalent bağlara sahip olmasına rağmen oldukça kırılğan bir yapıya sahiptir. Bundan dolayı kullanılabilirliği azalmaktadır. Multielement ve multifaz kaplamalar yapılarak bu dezavantajın üzerinden gelinilebilmektedir (Mayrhofer and Stoiber 2007).

Bu çalışmada, CFUBMS (kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma) kaplama yöntemi ile AISI D2 taban malzeme üzerine Ti-B-N film büyütülmüş ve bu filmin yapısal ve mekanik özellikleri araştırılmıştır. Bu filmlerin kaplama işlemleri, L9 (3<sup>4</sup>) ortogonal dizisi deney planına göre dokuz farklı kaplama şartında gerçekleştirilmiştir. Üretilen filmde, film-taban malzeme arasındaki yapışmanın (adezyon) tespiti için indentation test cihazı ve scratch test cihazı, kristalografik yönlenmenin araştırılmasında X ışını kırınım ölçer (XRD), mekanik deneylerinde, mikrosertlik ve nanosertlik cihazı, film dokusu ve kalınlığın saptanmasında taramalı elektron mikroskop (SEM) kullanılmıştır. Büyütülen filmlerden beklenen, düşük sürtünmeli, gevrek olmayan, fakat yüksek sertlikte, iyi adezyona sahip, kusur miktarı asgari düzeyde yoğun bir film yapısı sunmasıdır.

D2 soğuk iş takım çeliği üzerine büyütülen TiBN kaplamalar yoğun ve kolonsal bir yapı sunmuşlardır. Filmlerden elde edilen maksimum sertlik değeri, azot oranının minimuma yakın olduğu deney şartlarında elde edilmiştir. TiBN filmlerin kalınlıkları 1,1  $\mu\text{m}$  ile 2  $\mu\text{m}$  arasında değişiklik göstermiş, minimum azot akış oranında minimum film kalınlığı elde edilmiştir. Büyütülen TiBN filmler taban malzemeye çok iyi adezyon (yapışkanlık) göstermiştir. Filmlerin adezyon değerleri, sertliği ve kaplama sırasında uygulanan bias değerleri karşılaştırıldığında, sabit bias değerlerinde, filmlerin sertliği arttıkça adezyonun azaldığı tespit edilmiştir.

## 2. KURAMSAL TEMELLER

### 2.1. Sert Kaplamalar

İnsanođlu yüzyıllar önceden çeşitli aletler üzerine sert kaplamalar yapmış ve kullanmıştır. Bu işlemlere ait ilk örnekler milattan öncesine dayanmaktadır. Milattan önce 900'li yıllarda bir baltanın ağzı karbürlenerek sertliđi 444 Brinell sertliđine çıkarılmış, milattan önce 700'li yıllarda ise bir keski aletinin ağzı karbürlenerek 300 Brinell sertliđine ulaşılmıştır. Günümüzde kullanılan nitrüleme, karbürleme ve kimyasal buhar kaplama (CVD) yöntemlerinin kökeni bu işlemlere dayanmaktadır.

Geleneksel olarak, sert kaplamalar terimi, mekanik anlamda iyi tribolojik özelliklere ve yüksek sertliđe sahip yapılara karşılık gelmektedir. Modern teknolojinin optik, optoelektronik ve diđer alanlarda gelişmesi ile birlikte, sert kaplama tanımı daha da geniş bir kapsamda değerlendirilebilmektedir. Bu nedenle, belli bir ortamda tatmin edici bir şekilde etkinlik gösteren bir sistem, bu ortama göre "sert" olarak tanımlanabilir. Buna göre, sert malzemeler aşağıdaki gibi sınıflandırabilir (Bunshah 2001):

- Tribolojik olarak sert (aşınmaya dirençli ve düşük sürtünmeli)
- Optik olarak sert (lazer ve ışığa karşı duyarız)
- Işınıma karşı sert (gama ışınları, nötronlara ve beta parçacıkları gibi yüksek enerjili parçacıklara karşı yüksek eşik enerjileri)
- Elektriksel olarak sert (yüksek bant genişliđi ve yüksek elektron hızları)

Sertlik, süneklik, elastisite modülü, kaplama-taban malzeme arasındaki adezyon gibi kaplamaların mekanik özellikleri, sürtünme ve aşınma performansı açısından çok önemlidir. Artık (iç) gerilmeler, kaplamanın bozunmasına, adezyonun kötüleşmesine, taban malzemede çatlamaya ve kaplamanın fiziksel ve kimyasal özelliklerinde değişmelere neden olabilir. Diđer taraftan, bası artık gerilmeleri, kaplama sertliđini önemli derecede artırır ve çekmeye karşı direnç sağlar. Bu nedenle, bası gerilmeleri

belli dereceye kadar faydalı olabilmektedir. En iyi kaplama performansı için kaplama parametrelerinin optimize edilmesi gerekir (Bhushan and Gupta 1991).

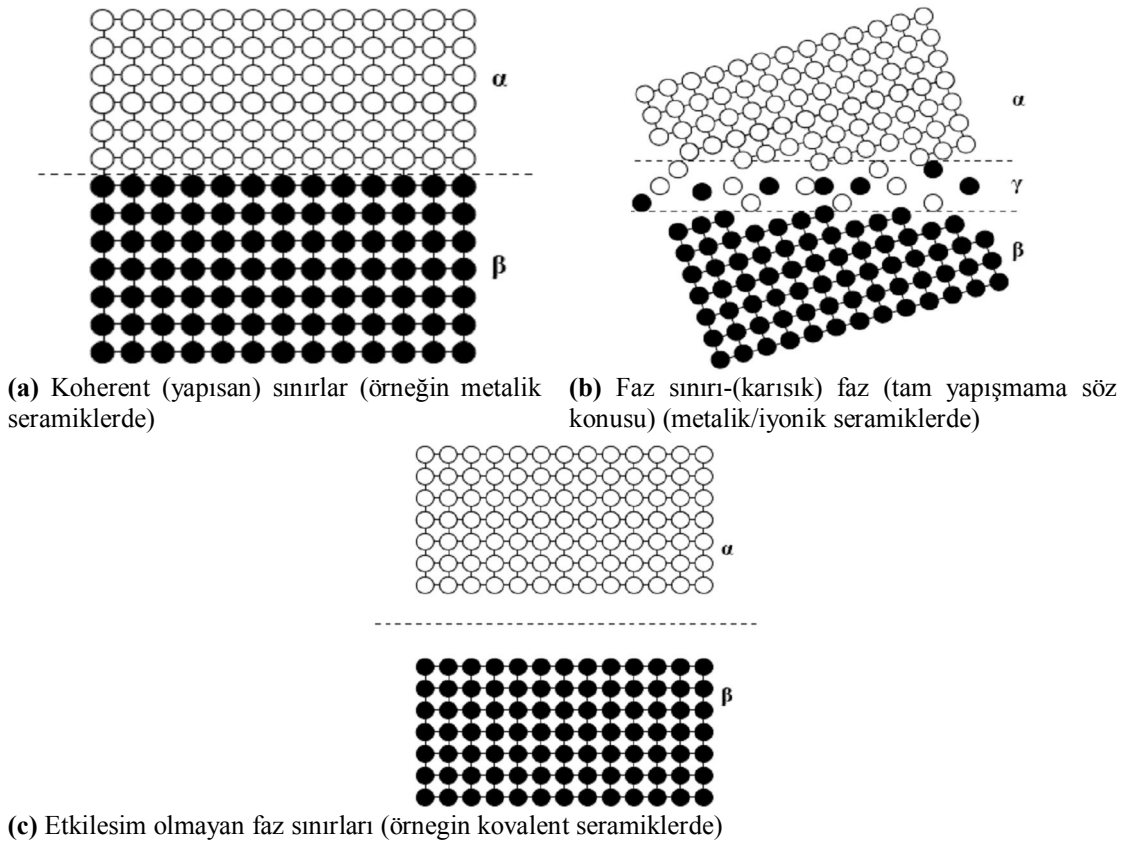
Mekanik anlamda sert kaplamalar, yüksek yükleme ve/veya yüksek sıcaklıklarda (1000°C) aşınmaya dayanım istenen uygulamalarda kullanılırlar. Bu kaplamalar, genellikle termal püskürtme (termal spraying), fiziksel buhar kaplama (PVD) ve kimyasal buhar kaplama (CVD) yöntemleri ile üretilirler. Bu işlemler, bileşim ve sertliği optimize ederek, istenen performansı ve özellikleri elde etmede geniş bir esneklik sağlar.

Sert kaplamaların çoğu, oksitler, karbürler, nitrürler, seramik alaşımlar ve sermetler gibi seramik bileşikler ile elmas ve kübik bor nitrürler gibi yarı kararlı (metastable) malzemelerdir. Seramiklerin özellikleri ve çevresel dirençleri, sahip oldukları kimyasal bileşime, oransal kimyasal bileşim (stoichiometry)'e, safsızlıklara (empüritelere), mikro yapıya, kusurlara ve kristalografik olarak tercihli yönlenmeye bağlıdır. Elmas, elmas benzeri karbon (DLC), kübik bor nitrür ve nano tabakalı yapıdaki kompozitler “süper sert” malzeme olarak tanımlanmaktadır (Bunshah 2001).

Sertlik, tokluk ve kaplama-taban malzeme ara yüzeyinde iyi yapışma (adezyon) gibi gereksinimlerden dolayı, çok tabakalı ya da çok fazlı kaplamaların en uygun çözüm olduğu düşünülebilir. Farklı sertlikte malzemelerin özellikleri dikkate alındığında, hem iç tabakası taban malzeme ile iyi adezyon sağlayan kaplamalar, hem bir ya da daha fazla ara tabaka ile sertlik ve mukavemet sağlayan kaplamalar, hem de uygun bir dış tabaka ile sürtünme, adezyon ve dış ortamla etkileşimi asgariye indiren kaplamalar üretmek mümkündür. Şekil 2.1'de ara yüzeylerin oluşumunda üç farklı ihtimalin olabileceği gösterilmiştir (Holleck 1986). Bu ihtimaller: (a) koherent (tamamen yapışık) ara yüzeyler, (b) sınır bir faz ile kısmen koherent (tamamen yapışmayan) ara yüzeyler ve (c) birbirleri ile etkileşmeyen (bağımsız) ara yüzeylerdir. Metalik seramikler, metal veya diğer metalik seramikler ile koherent (tam yapışık) ya da yarı koherent (yarı yapışık) ara yüzeyler oluşturabilir. Sonuç olarak, en uygun (optimum) yapışma ile düşük enerjili ara yüzeyler elde edilebilir (örneğin TiC/TiB<sub>2</sub>). Genelde, metalik ve iyonik seramiklerin

birbirleriyle oluşturdukları ara yüzeyler, farklı bileşimlere sahip ara bölgeler gösterirler (örneğin  $TiC/Al_2O_3$ ). Bu davranış, büyük ölçüde sınır fazın bileşimine ve yapısına bağlıdır. Ortaklaşım bağıyla bağlanmış olan (kovalent) seramiklerin oluşturdukları ara yüzeylerin, fazlar (örneğin  $B_4C/B_4C$  ya da  $B_4C/Al_2O_3$ ) arasındaki kötü yapışmanın (adezyonunun) neticesinde, tam olarak etkileşime girmeyen bir yapı sergilediği anlaşılmaktadır (Bhushan and Gupta 1991).

Kaplama teknolojisi, günümüzde “çok fazlı yapı” için ortak fikir beyan etmektedir. Tabakalar arasında, yeter derecede bağlanmayı sağlayacak tabakalar ( $TiC$  ve  $TiN$ ,  $Al_2O_3$  ve  $AlN$  gibi) ya da koherent (birbirine iyi tutunan) ara yüzeyler ( $TiC$  ya da  $TiN$  ve  $TiB_2$ ) oluşturmak mümkündür.



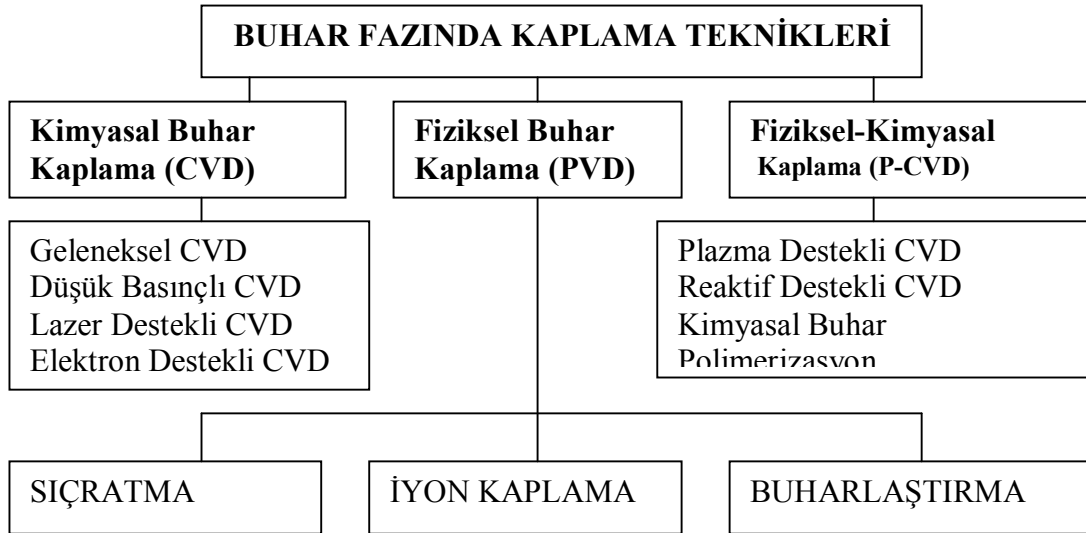
**Şekil 2.1.** Çok fazlı (multiphase) kaplamalarda, ara yüzeylerde ya da taban malzeme kaplama ara yüzeyinde görülen farklı oluşumlar (Holleck 1986)



## 2.2. Buhar Fazında Kaplama Yöntemleri

Modern teknolojilerle yapılan yüzey işlemlerinde, buhar fazından yapılan kaplamalar çok hızlı teknolojik ve bilimsel gelişmelerin sağlandığı kaplama tekniklerinin başında gelmektedir. Bunun temel nedenlerinden biri, seramik kaplamaların bu teknikler kullanılarak oldukça kolay yapılabilmesidir. Buhar fazından yapılan kaplamalar içinde fiziksel buhar biriktirme teknikleri, bu tekniklerin tribolojik amaçlı seramik kaplamaların yapılmasında çok iyi sonuçlar alınması nedeniyle son 15 yılda yaygınlaşmaya başlamıştır. Buhar kaplama teknikleri prensip olarak üç gruba ayrılabilir. Bunlar; fiziksel buhar kaplama (PVD), kimyasal buhar kaplama (CVD) ve bu ikisinin beraber kullanıldığı fiziksel-kimyasal buhar kaplama (P-CVD) yöntemleridir (Bunshah 2001). Çizelge 2.1’de buhar kaplama yöntemlerinin sınıflandırılması verilmiştir.

**Çizelge 2.1.** Buhar fazında kaplama yöntemleri



PVD kaplama tekniğinde; kaplanacak malzeme yüksek vakumlu bir kabine yerleştirilir ve yüksek enerji ile iyonlaştırılmış ve reaktif gazlarla oluşturulmuş plazma içinde kaplanır. Kaplamanın homojen olabilmesi için kaplanacak malzemeye maksimum hareket kazandırılır. Yarıiletken endüstrisinin gelişimi ile kendine endüstride yer bulabilen PVD tekniği, günümüzde pek çok farklı alanda kullanılmaktadır. Bunlar;

Mikro elektronik, tıp, korozyona karşı direnç gerektiren uygulamalar vb. alanlardır. Diğer önemli uygulamalar; şekillendirme takımları, plastik kalıplama takımları, makine parçaları, dişli parçaları ve dekoratif parçalara uygulanan kaplamalardır.

PVD teknolojisinin CVD' ye göre en büyük avantajı sert metal ve yüksek hız çeliklerinin özelliklerini etkilemeden düşük sıcaklıklarda kaplama yapılabilmesidir. CVD' de gerekli olan yüksek kaplama sıcaklıkları (850–1000°C), normalde çeliklerin temperlenme sıcaklıklarını aşmaktadır, bu nedenle takım çeliklerinde CVD kullanmak imkânsızdır. Sert metal malzemelerin, özellikle tokluk gibi özellikleri yüksek sıcaklıklarda süreye bağlı olarak düşmektedir. Diğer yandan PVD teknolojisinde kaplama, 150–450°C aralığında gerçekleştirilir. Bu sıcaklık aralığı takım çelikleri uygulamalarında kullanılan malzemelerin özelliklerine etkimez. PVD ile sert metal takım ve belirli kaplama uygulamalarında sıfırdan başlayarak büyümekte olan bir pazar kazanmıştır ve belirli uygulamalarda CVD ile rekabet halindedir. PVD uygulamalarında en geniş olarak kullanılan kaplama TiN katmanlardır. Takım uygulamaları için yeterli sertlikleri, çatlak yayılmasına karşı etkili olan bası-kalıntı gerilmeleri, kaplama-taban malzeme arasında yapışma özellikleri (adezyon), kesme işlemi esnasında sağladıkları uygun ara yüzey geometrileri ve çok ilginç olarak altına benzeyen renkleri, bu kaplamaların her zaman tercih edilmesini sağlamıştır. Ancak sürekli gelişen teknoloji sürekli bir değişimi de beraberinde getirmektedir. Bu nedenle takım endüstrisindeki kaplama araştırmalarında TiN kaplamalara alternatif arayışlar devam etmektedir. Geçiş metallerinin oluşturduğu nitritler (TiN, TiAlN, CrN, ZrN vb.) halen çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadırlar. NbN kaplamalar da yıllardır elektronik endüstrisinde kullanılmalarına rağmen tribolojik özellikleri yeni fark edilmiştir (Mattox and Donald 2003).

### **2.3. Fiziksel Buhar Kaplama (PVD)**

Fiziksel buhar kaplama yöntemi (PVD) ile atomik veya nano boyuttaki parçacıkları kontrol ederek çok yönlü ve kapsamlı ince filmler büyütme mümkündür. PVD yöntemi sıçratma, buharlaştırma ve iyon kaplama yöntemlerini içermektedir. Buharlaştırma

yöntemi fiziksel buhar kaplama teknikleri arasında en basit olanıdır. Kaplanacak malzeme, herhangi bir şekilde ısı etkisi ile buharlaştırılır ve buharlaşan atomlar, taban malzeme üzerinde giderek yoğunlaşırlar. İşlem düşük vakum ortamında yapılır. Kaplanan malzemeyi buharlaştırmak için çeşitli teknikler vardır bu teknikler;

- a) Buharlaştırılacak malzemenin, doğrudan konduğu potaya direnç olarak bağlanması
- b) İndüksiyon ocağı ile ısıtma
- c) Bir elektron tabancası ile elektron ışını bombardımanı
- d) Elektrik arkı oluşturulması
- e) Lazer ışını uygulanarak ısıtma ile buharlaştırma işlemi yapılabilir. Bu tekniklerde, doğrudan direnç, indüksiyon, elektron tabancası ile ışın bombardımanı ve vakum ark en önemlileridir (Tjong and Chen 2004).

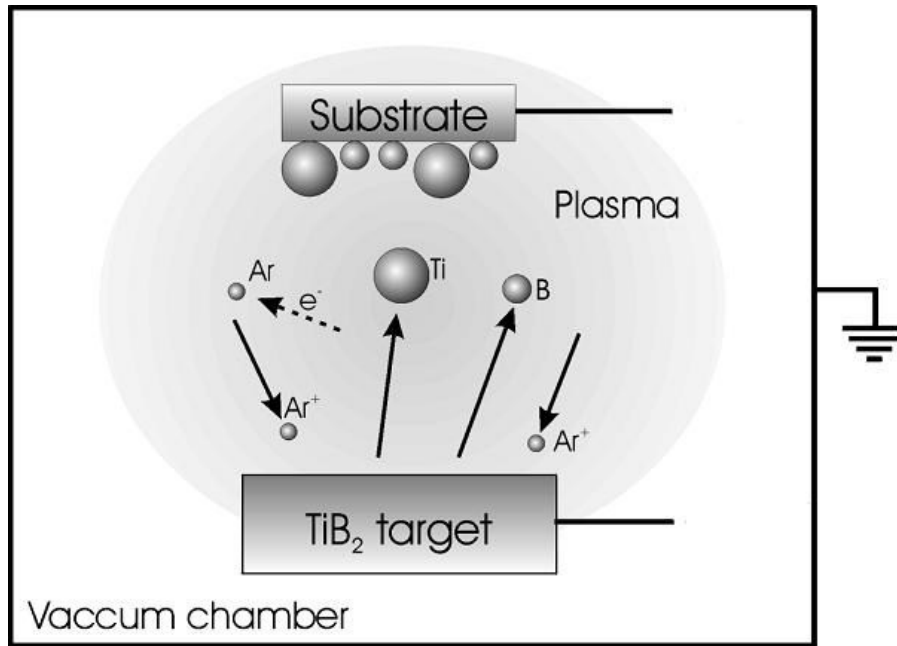
Diğer fiziksel buhar kaplama yöntemlerden biri ise iyon kaplama yöntemidir. İyon kaplama, taban malzeme yüzeyinin periyodik bombardımanı ile atomik boyuttaki partiküllerin yüzeyde biriktirilmesi ile gerçekleştirilir. Vakum iyon kaplama, reaktif iyon kaplama, kimyasal iyon kaplama gibi çeşitli teknikleri bulunur. İyon kaplama, sıçratma işlemindeki gibi, soy gaz deşarj sistemleri ile kullanılabilir. Bu yöntemde taban malzeme yüzeyinin şekillenmesi için taban malzeme öncelikle inert gaz bombardımanına maruz bırakılır. Film büyütme işlemi, iyon bombardımanına ara verilmeksizin devam eder. İyon kaplama, genellikle yüzey ile film arasında yüksek adezyon kuvveti istenilen durumlarda uygulanır. İyon kaplama işleminin adezyon bakımından avantajları şu şekilde açıklanabilir;

- a) Film oluşturulmadan önce film-taban malzeme ara tabakasının oluşturulması iyi bir adezyon sağlar
- b) Yüksek hata konsantrasyonu verilmesi ile yüzey ve ara yüzey yapısından sonra film ve taban malzemenin fiziksel olarak bağlanması
- c) Sadece yüzeyde oluşan yüksek sıcaklık ile taban malzeme yüzeyine doğru yüksek enerji akışını sağlayabildiği için, kütlenin ısıtılmasına gerek kalmadan kimyasal reaksiyonların ve difüzyonun oluşabilmesi bir avantajdır. Büyüyen filmin iyon

bombardmanı, biriktirilen filmin morfolojisinde, iç gerilimde ya da diğer fiziksel ve elektriksel özelliklerde değişikliklere sebep olabilir (Mattox 1998).

### 2.3.1. Sıçratma yöntemi

Sıçratma yöntemi bir momentum transferi (Şekil 2.2) temeline dayanmaktadır. Bu yöntemde katı malzeme pozitif iyonlarla bombardıman edilerek, atomlar yüzeyden kopartılır. Kaplanacak olan malzeme, hızlandırılmış iyonlar gibi enerjik parçacıklarla bombardıman edildiğinde, saçılan atomlar taban malzeme yüzeyinde film tabakası oluştururlar.



**Şekil 2.2.** Sıçratma ile fiziksel buhar kaplama (Tjong and Chen 2004)

Sıçratma ile fiziksel buhar kaplama sistemi, negatif d.c. ya da r.f. potansiyel uygulamalı hedef malzemeler ile taban malzeme tutucusunun bulunduğu bir vakum ortamından oluşur. Taban malzeme tutucusu hedef malzeme ile karşılıklı bulunur ve her ikisi de topraklanabilir, negatif potansiyel uygulanabilir ya da kendi halinde bırakılabilmektedir. Bunların yanında hedef ve taban malzemeler ısıtılabilir ya da soğutulabilirler. Sistem

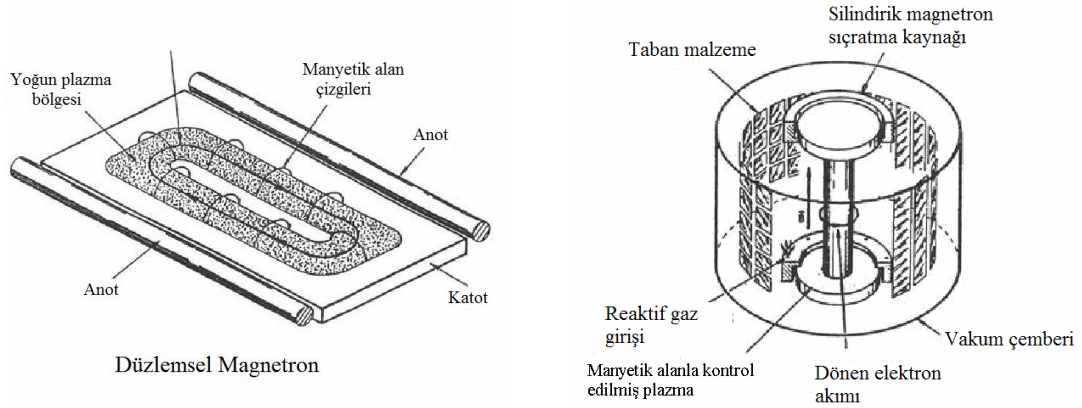
basıncı (çalışma basıncı) genelde  $10^{-3} - 10^{-2}$  mbar aralığında tutulur. Hedef malzemelere 2-3 kV'lık potansiyel uygulanarak oluşturulan plazmadaki pozitif iyonlar hedefe çarparak sahip oldukları enerji ile hedef malzemeden atom koparırlar. Hedef malzemeden bu şekilde atom koparılmasına sıçratma denmektedir. Sıçratılan atomlar taban malzeme yüzeyine ulaşarak film oluştururlar. Sıçratma esnasında hedef yüzeyine pozitif yüklü iyonların çarpması ile başka ara etkimler de meydana gelebilmektedir. Örneğin çarpmanın etkisi ile çıkan ikincil elektronlar nötr haldeki sıçratma gazı atomlarının iyonizasyonuna neden olabilir (Arnell and Kelly 1999).

Sıçratma işleminde, ortamdaki diğer malzemeler ile reaksiyona girmeyecek inert gaz iyonları kullanılmaktadır. Sıçratma işlemi için yaygın olarak pozitif yüklü argon gazı iyonları kullanılır (Bunshah 1980). İyon kaynağı olarak iyon tabancası ve plazma kullanılmaktadır. Sıçratma işlemi parıltılı boşalma ya da iyon bombardımanı ile yapılabilir. Parıltılı boşalmada hedef (-) yüklüdür. Taban malzeme, hedef önüne sıçratılmış atomları yakalayacak şekilde yerleştirilir. İyon bombardımanlı sıçratma işleminde ise iyon bombardıman kaynağı dışarıdan bir iyonizasyon kaynağıdır. İyon demetleri, inert ya da reaktif gaz iyonlarından ya da kaplama malzemesinin iyonizasyona uğratılmış atomlarından sağlanabilir. Parıltılı boşaltma sıçratma (glow-discharge sputtering) işleminde bombardıman yapan iyonların enerjileri genellikle 100-1000eV iken, dışarıdan iyon bombardımanlarında 10-100keV arasındadır. Sıçratmaya tabii tutulan yani sıçrayan atomların ortalama enerjileri ise 10-40eV civarındadır. Bu değer bazı durumlarda 100eV seviyesine kadar çıkabilmektedir. Sıçratma ile bileşikler dâhil her türlü malzeme buharlaştırılabilir. Bu açıdan sıçratma yönteminin kullanım alanı geniştir (Bhushan and Gupta 1991).

### **Manyetik Alanda Sıçratma**

Sıçratma yönteminde oluşturulan plazma manyetik alan kullanılarak hedefe daha yakın bir bölgeye kaydırılabilmekte ve plazmadan elde edilen verim daha da artmaktadır. Geleneksel planar magnetronda,(Şekil 2.3.a) oluşturulan iyonlar hedefe daha uzak bölgededir ve hedefe ulaşmaya kadar enerjilerinin bir kısmını kaybedebilmektedirler.

Bunun sonucu olarak birincil elektronlar anota çarpacak ancak atom koparamayacaklardır ve iyonizasyon verimi azalacaktır. Sonuç olarak ikincil elektronların miktarı da azalacaktır.



**Şekil 2.3. a)** Düzlemsel magnetron

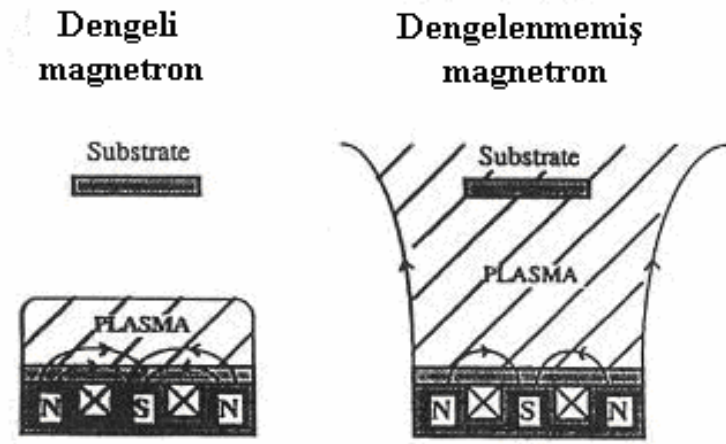
**b)** silindirik magnetron (Bunshah 1994)

Manyetik alanda sıçratma yönteminde hedef malzemeler su soğutmalı mıknatıs veya elektro mıknatıslardan oluşan tutucunun üzerine yerleştirilmiştir. Hedefin merkez eksenine mıknatısın bir kutbunu oluşturur. Mıknatısların bu şekilde düzenlenmesi elektrik ve manyetik alanların hedef üzerinde birbirine dik olmasını sağlar. Manyetik alanlar dairesel veya dikdörtgen şeklinde farklı manyetik alanlar oluşturulabilmektedir. Şekil 2.3.b’de silindirik magnetron gösterilmiştir.

### **Dengelenmiş ve Dengelenmemiş Manyetik Alanda Sıçratma**

Dengelenmiş manyetik alanda sıçratma yönteminde, ortamda bulunan elektronlar plazma yoğunluğunu hedef metalinin ön kısmında oluştururlar. Plazma taban malzemeye daha yakındır. Yoğun plazma bölgesinde bulunan taban malzemeler film büyümesi sırasında yeterli iyon bombardımanına uğradıklarından filmin fiziksel ve kimyasal özellikleri istenildiği gibi değiştirilebilmektedir. Film özelliklerindeki değişimler, yüzeye çarpan iyon enerjisi, biriktirme hızı ve taban malzemede ölçülen iyon akım yoğunluğu ile kolayca kontrol edilebilmektedir. Fakat taban malzeme plazma

bölgesinin dışına yerleştirilirse, plazma yoğunluğu bu bölgede az olacağından filmin mikro yapısını ve özelliklerini etkileyen iyon bombardımanı yetersiz olacaktır. Bundan dolayı geleneksel manyetik alanda sıçratma yöntemi ile büyük ve karmaşık geometrili parçalar üzerine yoğun ve kaliteli kaplamalar yapmak oldukça zor olacaktır (Kelly 1994).

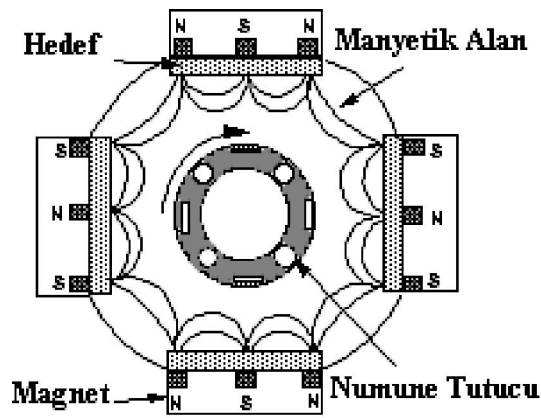


**Şekil 2.4.** Dengelenmiş ve dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma (Bunshah 2001)

Geleneksel manyetik alanda sıçratma yönteminin yukarıda bahsedilen olumsuz taraflarını gidermek için dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi geliştirilmiştir (Şekil 2.4). Bu yöntemde manyetik alanın dış mıknatısları merkezdeki mıknatıslara göre daha kuvvetli seçilerek plazmanın manyetik alan çizgilerini takip etmesi ve taban malzemeye kadar yayılması sağlanmaktadır. Böylelikle dengesiz manyetik alanda sıçratma sırasında üretilen ikincil elektronların çoğu hedeften taban malzemeye doğru iletilirler. Pozitif iyonlarda elektrostatik çekim kuvvetiyle elektronları takip edeceğinden taban malzeme yakınlarında iyon bombardımanı artar.

Dengesiz manyetik alanda sıçratma yönteminde bir çok konfigürasyon oluşturulabilmektedir. Bunlardan en yaygın olanı ise kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemidir. Bu yöntemde iki veya daha fazla manyetik alanlar kullanılmaktadır. Kapalı alan düzeninde ise, mıknatıslar arasındaki manyetik alan

çizgileri, plazma içindeki elektronlar için kapalı bir tuzak oluşturur (Şekil 2.5). Bu nedenle elektronların dışarı kaçma ihtimali çok az olduğundan, taban malzeme bölgesinde yoğun bir plazma meydana gelir, buda büyüyen filmin uğrayacağı iyon bombardımanını artırır. Bu yöntemde taban malzemeye negatif potansiyel uygulanarak çok kaliteli filmler elde edilebilir. Sistemdeki iyonizasyonla ilgili olan taban malzemeye uygulanan negatif potansiyel, geleneksel iyon kaplama ile karşılaştırıldığında çok düşüktür (yaklaşık-50 V) (Kelly *et al.* 1993; Kelly 1994).



Şekil 2.5. Kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma (Teer 1991)

#### 2.4. İnce-Kalın Filmlerin Mekanik Özellikleri İçin Adezyon (Yapışkanlık) Test Yöntemleri

Yüzey Mühendisliğinde, katı-ince filmlerin adezyonunun test edilmesi en önemli konulardan biridir. Günümüzde film ve taban malzeme arasındaki adezyonu, malzeme mikro yapısı ve dış etkenleri hesaba katarak ölçecek bir adezyon test yöntemi bulmak oldukça zordur.

Film ile taban malzeme arasındaki adezyon iki şekilde ifade edilmektedir. Bunlar;

**Temel Adezyon:** Taban malzeme ile kaplama arasındaki ara yüzeyde oluşan bütün bağların toplamını ifade etmektedir.



**Pratik Adezyon:** Kaplanan filmin mekanik özelliklerini ifade eder.

Adezyon metotlarını iki ana başlık altında toplayabiliriz, bunlar;

**Tahribatlı Metotlar:** Numunede bir tahribata yol açar. Scratch test, pull-off test vb.

**Tahribatsız Metotlar:** Numunede bir tahribat meydana gelmez (laser tekniği, akustik görüntüleme vb.).

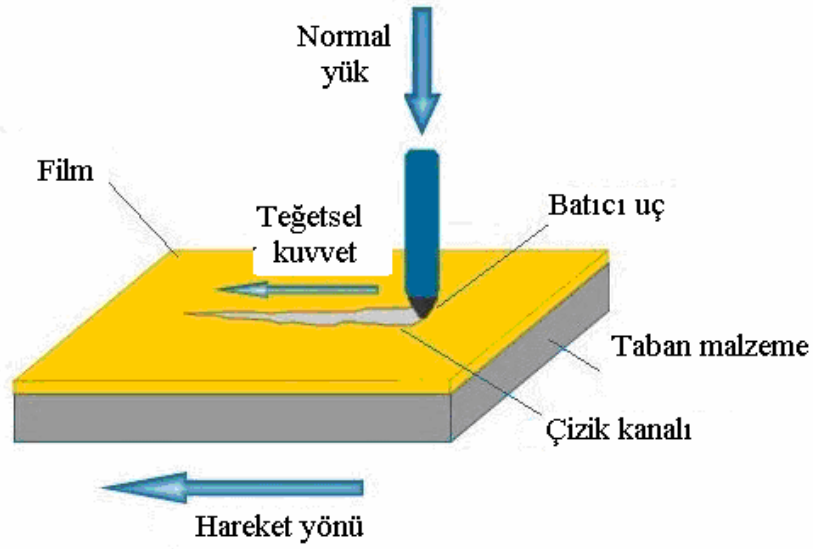
İdeal adezyon test metodu şu özellikleri taşımaktadır ;

- a) Tahribatsız olmalı
- b) Karmaşık geometrili numunelere uygulanabilmeli
- c) Testin uygulaması ve yorumlanması kolay olmalı
- d) Test tekrarlanabilmeli
- e) Test sonuçları elektronik olarak kaydedilebilip otomasyon amaçlı kullanım için elverişli olmalıdır.

Literatürde birçok adezyon test yöntemleri bulunmaktadır. Bu yöntemler arasında yaygın olarak kullanılan scratch (çizik) test, indentation test ve diğer birkaç önemli test yöntemi aşağıda kısaca açıklanmıştır.

#### **2.4.1. Scratch test**

Çok yaygın olarak kullanılan adezyon ölçme yöntemlerinden birisidir. Bu yöntemde baticı elmas uç (Rockwell C, ucu 100 µm yarıçapla yuvarlatılmış 120° konik uç) kaplama yüzeyi boyunca, filmde taban malzemedan ayrılana kadar artan bir yükü hareket ettirilir (Şekil 2.1). Filmin koptuğu yük değerine kritik yük (Lc) denir.



**Şekil 2.6.** Scratch test

Bu test kaplama ve taban malzeme arasındaki ara yüzeyde oluşan yapışkanlık derecesinin ve oluşan hasar türünün tayini prensibine dayanır. Teste, Rockwell C tip elmas uç vasıtasıyla, numune yüzeyine bir normal yük (FN) uygulanması ile başlanır. Numune sabit bir hızda ilerletildikçe, çizici Rockwell C uca uygulanan, lineer olarak artan normal kuvvetin etkisiyle ara yüzde oluşan gerilim filmin soyulmasına/yontulmasına neden olur. Taban malzeme ve kaplama film ara yüzeyinde (adezif) ve/veya filmin içinde (kohezif) kayıt edilen en düşük yük Kritik Yük (Lc) olarak tanımlanmıştır. Oluşan bu hasar çizik testinde oluşan izin optik mikroskop vasıtasıyla incelenmesi ile gözlenir. Kritik yükteki kaplamanın ayrılması (adezif veya kohezif), kaplamanın taban malzeme üzerine olan adezyonunun bir ölçütü olarak değerlendirilir. Kritik yük, film yüzeyindeki çizik izinin optik mikroskop ile incelenmesi esnasında ve sürtünme grafiği yardımıyla tayin edilebilmektedir. Kritik yükün yanında normal yük, teğetsel veya sürtünme kuvveti ve iz derinliği değerleri de kaydedilmektedir. Avrupa Komisyonu tarafından oluşturulan ve TSE tarafından 09.03.2006 tarihinde uyumlaştırılmış TS EN 1071 – 3 sayılı “İleri Teknik Seramikleri-Seramik Kaplamalar İçin Deney Metotları-Bölüm 3: Çizik Deneyi ile Yapışma Tayini” standardında üç farklı test prosedürü belirlenmiştir.

### 1 – Artan Yük Çizik Testi (Progressive Load Scratch Test-PLST)

Bu testte çizici uca uygulanan kuvvet, test boyunca belirli bir değerde arttırılmaktadır. Standart işlem parametreleri; yük artırım hızı 100 N/dk ve çizme hızı 10 mm/dk olarak tanımlanmıştır. İlk çizikler en fazla kritik yük tayini (HLc) için kullanılır ve takip eden çizikler için yük HLc + 10 N ile sınırlandırılarak, Rockwell C ucun gereksiz aşınması önlenir.

### 2 – Sabit Yük Çizik Testi (Constant Load Scratch Test-CLST)

Bu test yönteminde normal kuvvet, farklı yüzey lokasyonlarında sabit bir normal kuvvet altında gerçekleştirilen başarılı çizik testleri arasında belirli aralıklarla arttırılır. Tavsiye edilen standart çalışma parametreleri; çizme hızı 10 mm/dk ve çizme uzunluğu 10 mm'dir. Aynı zamanda birbirini takip eden deneylerde seçilecek olan normal kuvvet için, PLST yöntemiyle elde edilen kritik yükün beşte biri kadar bir artırım aralığı seçilmesi tavsiye edilmektedir.

### 3- Çoklu Çizik Testi ( Multipass Scratch Test- MPST)

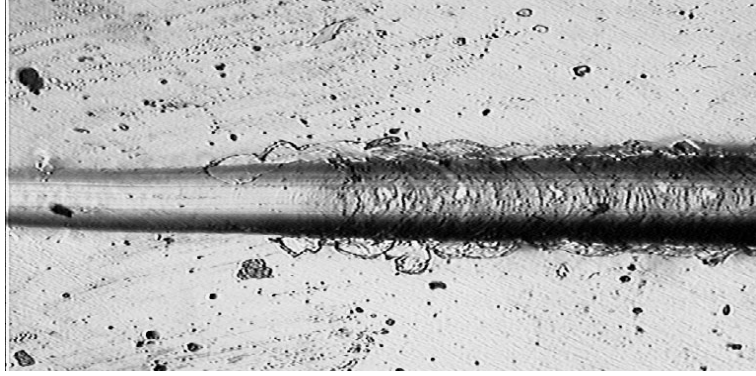
Bu yöntem aynı çizik için sabit bir yükte, aynı iz üzerinde tekrarlanan testlere dayanır. Standart çalışma parametreleri CLST yöntemi ile aynı olmakla beraber PLST yönteminde belirlenen kritik yükün yarısı kadar bir yük kullanılarak hata oluşana kadar yük arttırılacak şekilde testin tekrarı tavsiye edilmektedir.

Scratch test sonuçlarını etkileyen faktörler;

- a) Taban malzeme sertliği
- b) Kaplama kalınlığı
- c) Film yüzey pürüzlülüğü
- d) Film sertliği

- e) Yükleme oranı
- f) Batıcı ucun yuvarlatılma yarıçapı (100  $\mu\text{m}$ , 200  $\mu\text{m}$ , 300  $\mu\text{m}$  vb.)
- g) Batıcı uç ile film arasındaki sürtünme şeklinde tanımlanmaktadır.

Testte kullanılan batıcı ucun keskin olması plastik deformasyonun yüzeyde yoğunlaşmasına ve taban malzemenin deformasyondan korunmasına neden olur. Bundan dolayı test sonuçları daha kolay analiz edilebilmektedir. Şekil 2.7'de scratch (çizik) test sonucu oluşan bir iz görülmektedir.

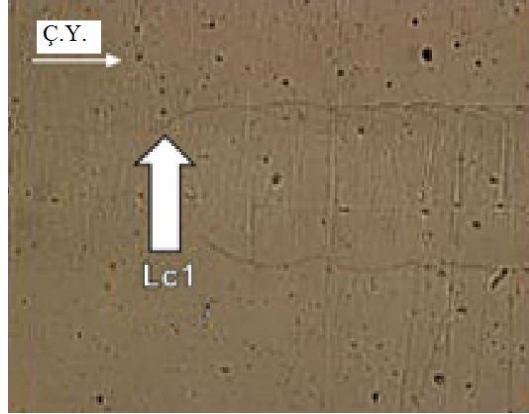


**Şekil 2.7.** Scratch (çizik) test sonucu oluşan bir iz (Ollendorf and Schneider, 1998)

Geleneksel scratch test yumuşak kaplamalar için çokta elverişli değildir. Daha çok sert kaplamalar için etkin sonuçlar vermektedir. Yani taban malzemenin plastik deformasyon göstermediği durumlarda verimlidir. Yumuşak ve ince kaplamalar için nanoscratch testleri geliştirilmiştir. Eğer kaplama ve taban malzeme farklı davranış gösteriyorsa test sırasında sürtünme katsayısını ölçerek birtakım verilere ulaşılabılır. Örnek olarak, sürtünme katsayısı yüksek olan taban malzemede sürtünme katsayısının artışının gözlemlendiği yerde kaplama kaldırılmış olabilir.

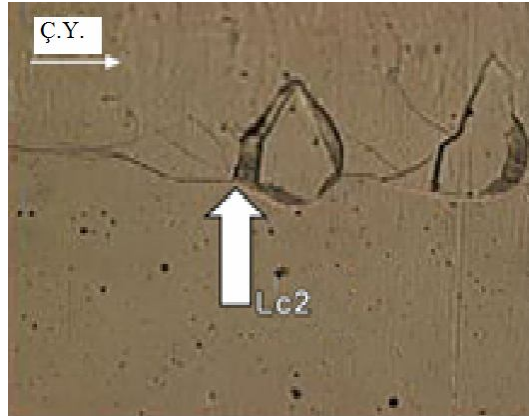
Scratch test yönteminde oluşan çatlaklar genelde üç kademedeyi incelenmektedir.

- 1) Test sırasında ilk yükleme yapıldığında scratch kenarlarında zikzak şeklinde (Şekil 2.8) ilk çatlaklar oluşur ( $L_{c1}$ )



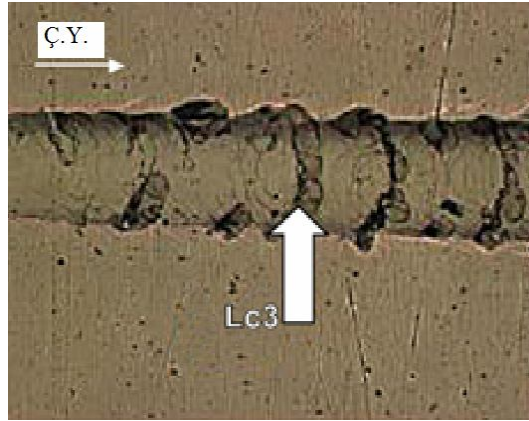
**Şekil 2.8.** Scratch testte oluşan ilk çatlaklar ( $L_{c1}$ )

2) Yükleme yeterli büyüklüğe ulaştığında filmde ikinci tip çatlaklar (Şekil 2.9) meydana gelecektir. Bu tip çatlakların sebebi filmde meydana gelen kohesiv ayrılmalardır ( $L_{c2}$ ).



**Şekil 2.9.** Scratch testte oluşan ikinci tür çatlaklar ( $L_{c2}$ )

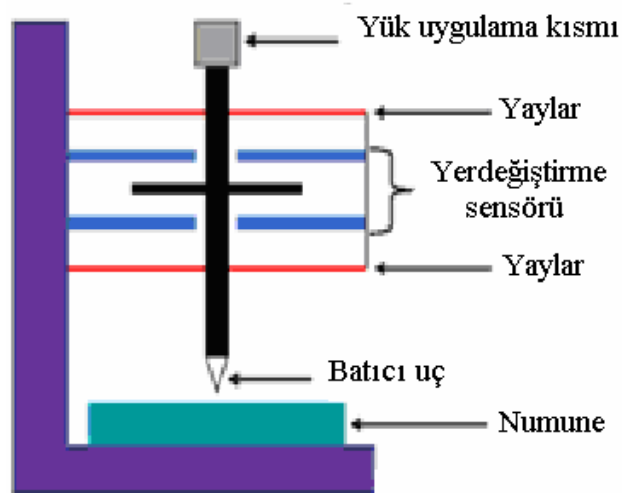
3) Kohesiv çatlaklardan sonra yüklemeye devam edildiğinde numunede adeziv ayrılmalar sonucu Şekil 2.10'da görüldüğü gibi çatlaklar oluşacak ( $L_{c3}$ ) ve film taban malzemedenden ayrılmış olacaktır. Bu andaki yüklemeye miktarına kritik yük denilir.



Şekil 2.10. Scratch testte oluşan üçüncü tür çatlaklar ( $L_{c3}$ )

#### 2.4.2. Indentation test

Çok yaygın olarak kullanılan bir adezyon ölçme test yöntemidir. Bu yöntemin temel prensibi kaplama ile taban malzeme ara yüzeyinde bir seri batıcı uç kullanarak çatlaklar oluşturmaktır. Batıcı uç genelde  $136^\circ$  açılı elmas piramit (vickers uç) veya küre biçiminde olan (rockwell C) uçlar kullanılmaktadır. Şekil 2.11'de indentation test yöntemi gösterilmektedir.



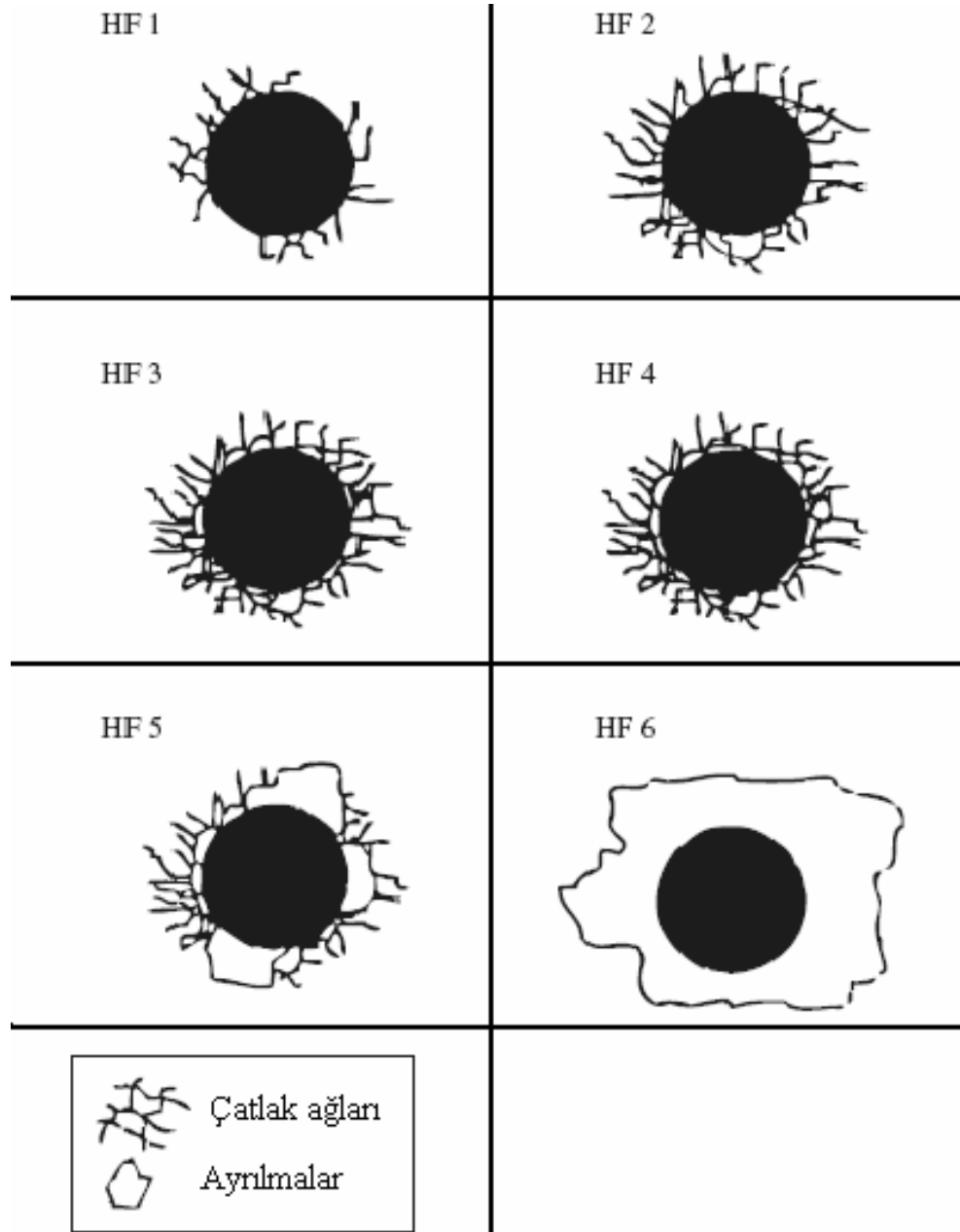
Şekil 2.11. indentation test

Bu metotta yaygın olarak Rockwell C batıcı uç kullanılmaktadır ve bu uca ait bazı özellikler şunlardır;

- 1) Rockwell C indentation yaygın olarak imalat sektöründe pratik olarak adezyonu kontrol için kullanılmaktadır.
- 2) Scratch teste göre daha az donanım gerektirir ve uygulaması kolaydır.
- 3) Taban malzeme ve kaplamanın durumuna göre farklı yüklemeler yapılmaktadır ( TiN kaplama için genelde 150 g).
- 4) Adezyonun iyi olduğu filmlerde çok az çatlaklar meydana gelmekte, zayıf adezyonlarda ise yaygın çatlaklar ve ayrılmalar oluşmaktadır.
- 5) Küresel uçlu batıcı uç minimum 4 micron kalınlıktaki filmler için elverişli adezyon sonuçları vermektedir.

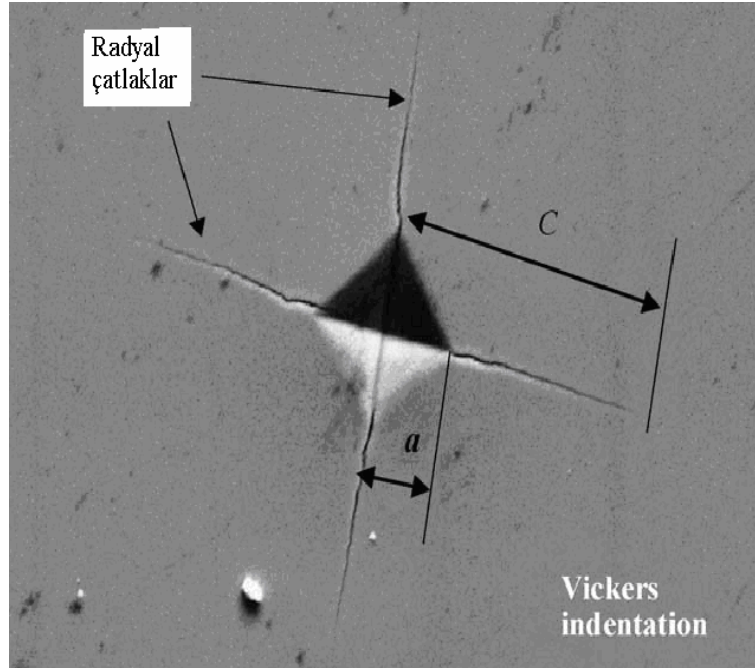
Test sonucu elde edilen izler Çizelge 2.2’de uygun görülen HF1’den HF6’ya kadar olan sınıflandırmalardan birine dahil edilerek adezyon hakkında değerlendirme yapılmaktadır.

**Çizelge 2.2.** Indentation test sonucunun sınıflandırılması (Heinke et al. 1995)



Indentation test yönteminde yaygın olarak kullanılan diğer bir batıcı uç ise 'Vickers uç' dur. Şekil 2.12'de Vickers uç'a ait örnek bir iz görülmektedir. Bu yöntemle çatlak oluşum direnci ölçülerek nitel ve yarı nicel olarak adezyon, kohezyon ve süneklik ölçülebilmektedir.





**Şekil 2.12.** Vickers ucun bıraktığı iz ve çatlaklar

Bu yöntem üç modele ayrılmıştır;

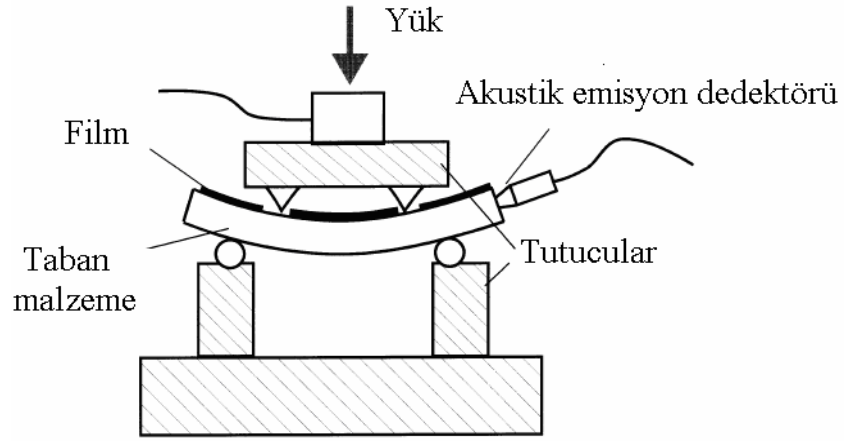
- 1) Taban malzemede çatlak olmaksızın, kaplamanın elastik ve plastik davranışları (plastic region model)
- 2) Batıcı uç tarafından kaplamanın kırılması (contact region model)
- 3) Batıcı uç tarafından kaplamanın kırılması ve batıcı ucun sebep olduğu gerilmeler ile kaplamanın kalkması (uplift model)

### 2.4.3. Diğer test yöntemleri

Scratch test ve indentation test dışında film ve taban malzeme arasındaki adezyonu belirlemek için kullanılan birçok yöntem vardır. Bunlardan yöntemlerden bazıları aşağıda kısaca bahsedilmiştir.

### Four-point test

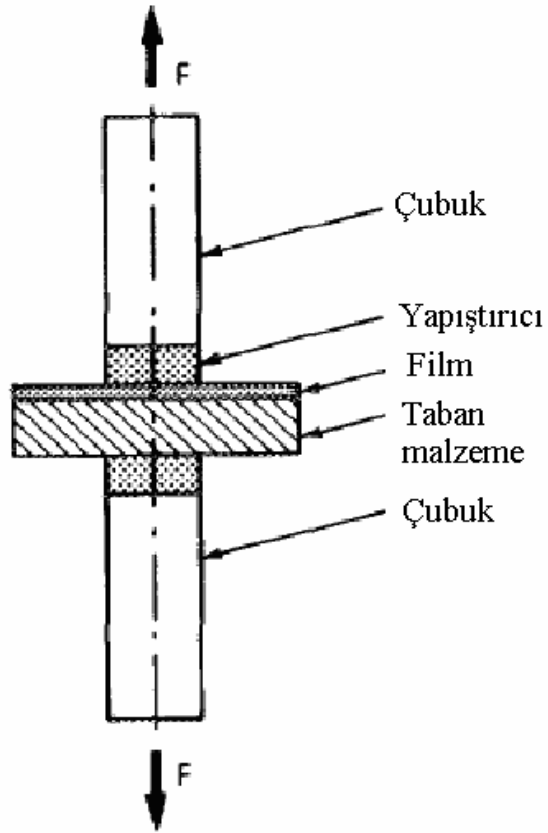
Bu test metodunda numune Şekil 2.13’de görüldüğü gibi test cihazına bağlanır. Film artan bir yük ile bükülmeye çalışılır. Örneğe bağlı akustik emisyon dedektörü ile filmde meydana gelen mikro çatlaklar tespit edilir. Yükleme yapılan noktalarda kaplamanın olmaması gerekir. Test sonucu elde edilen gerilme ve akustik emisyon değerleri bir grafiğe aktarılarak adezyon hakkında değerlendirmeler yapılır .



Şekil 2.13. Four-point test (Ollendorf and Schneider 1998)

### Pull-off Test

Bu test, Şekil 2.14’de görüldüğü üzere kaplama ve taban malzemeye çubuklar yapıştırılarak (veya tutturularak), çubuklara kuvvet uygulamak suretiyle yapılır. Kaplamanın taban malzemedan ayrılmasıyla adezyon kuvveti ölçülür.



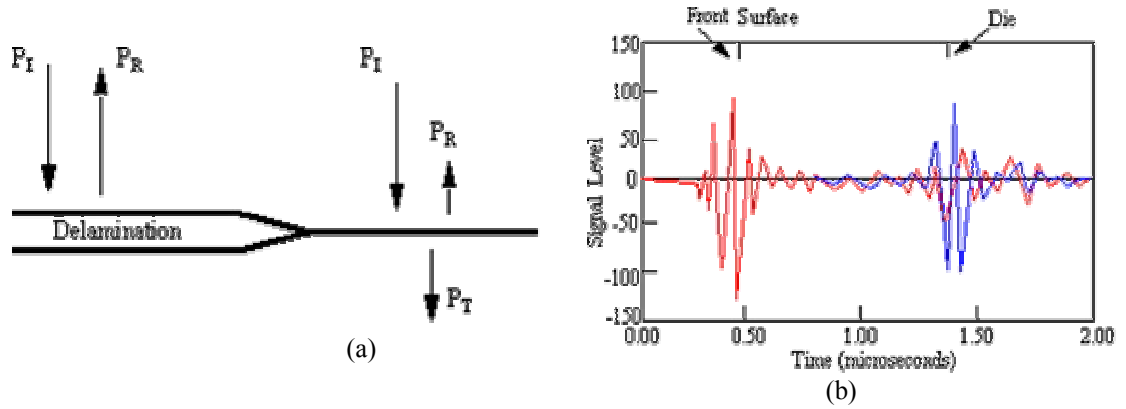
Şekil 2.14. Pull-off test (Valli 1986)

### Body-Force Metodu

Body-force yönteminde numune bir vakum ortamında manyetik alan kullanılarak yüksek hızlarda döndürülür. Kaplama tahrip oluncaya kadar dönme hızı artırılarak adezyon kuvveti hesaplanır.

### Akustik resimleme

Tahribatsız bir adezyon test yöntemidir. Kaplama sürecinde akustik ve optik mikroskoplarda çalışılıyorsa, elde edilen resimler karşılaştırılarak adezyonun zayıf olduğu bölgeler tespit edilebilmektedir.

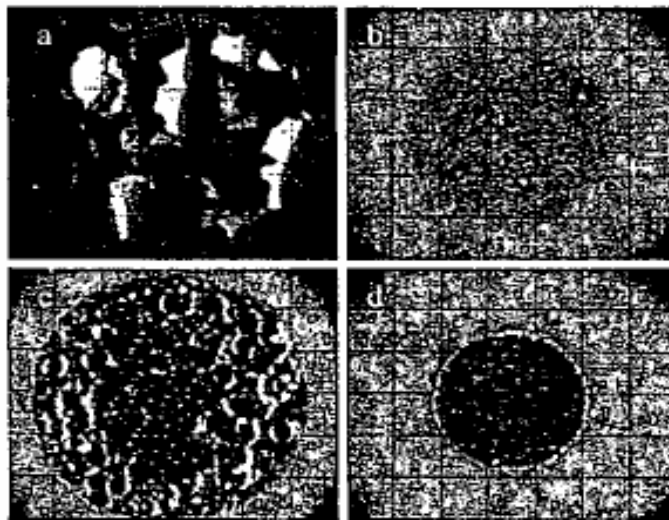


Şekil 2.15. (a) ve (b) Akustik resimleme (Moore 1991)

Akustik mikroskopta kısa dalga boylu radyo sinyalleri bir piezoelektrik transistörden geçirilerek ses dalgalarına dönüştürülür. Bu ses dalgaları bir lens tarafından numuneden geçirilir ve elektrik sinyaline dönüştürülerek malzemenin akustik resmi çıkarılır. Bu resimlerden faydalanılarak adezyonun zayıf olduğu bölgeler tespit edilebilmektedir.

### Lazer tekniği

Bu test yönteminde Yüksek enerjili lazer ışınları kullanılarak adezyon tespit edilmektedir.



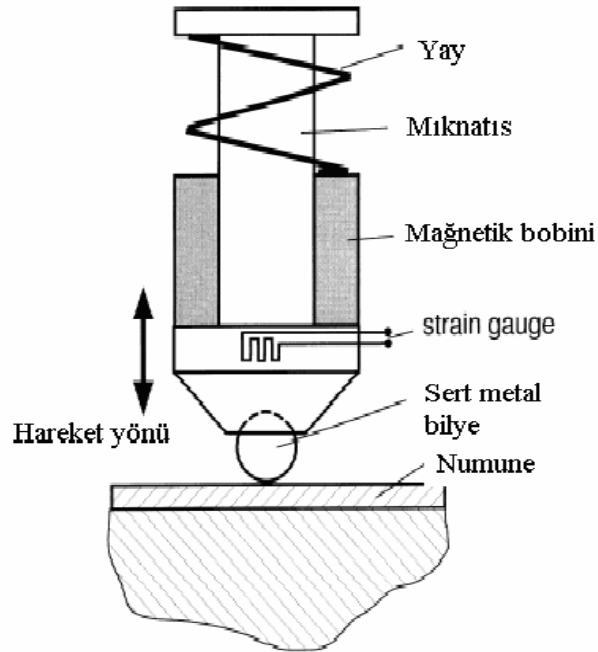
Şekil 2.16. Lazer tekniği (Fedenrv *et al.* 2003)

Bu yöntemde yüksek enerjili lazer ışınları numuneye gönderilir, oluşturulan basınç şoku film ara yüzeyine doğru ilerler. Eğer ışınlar yeterli yoğunlukta ise film ile taban malzemenin ayrılmasına neden olur.

Lazer ışınları sonucu ara yüzeyde termal genişmeden dolayı gerilmeler oluşur. Bu gerilmeler adezyon değerini aştığı zaman filmde ayrılmalar meydana gelir. Oluşan bu ayrılmaların çapları da dikkate alınarak filmin adezyonu belirlenir. Şekil 2.16'da bu yöntemle elde edilmiş resimler görülmektedir. Bu metot termal iletkenlikleri farklı olan kaplama-taban malzeme çiftleri için elverişlidir.

### İmpact test

Bu yöntemle film-taban malzeme bileşiminin yorulma direnci tespit edilir. Şekil 2.17'de görüldüğü gibi sert metal bilye tekrarlı olarak numunenin yüzeyine bastırılır. Uygulanan kuvvet aralığı 0 ile 1500 N'dur. Uygulanan kuvvet strain gauge tarafından kontrol edilir. Numunede meydana gelen hasar mikroskop ile tespit edilir.

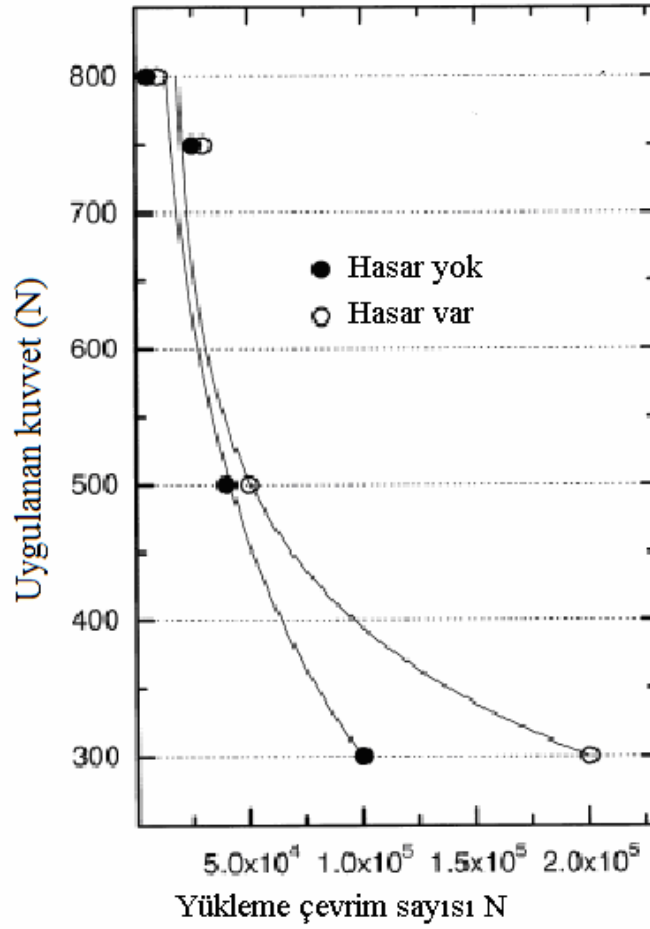


Şekil 2.17. İmpact test (Ollendorf and Schneider 1998)

Test parametreleri;

a) yükleme çevrim sayısı ( Nc )

b) yüzeyde hasarın meydana gelmediği en yüksek nokta



**Şekil 2.18.** yükleme çevrim sayısı-uygulanan kuvvet grafiği (Ollendorf and Schneider 1998)

Bu iki parametreye göre Şekil 2.18'deki gibi grafik çizilerek filmin adezyonu yorumlanır (Ollendorf and Schneider 1998).

### 3. MATERYAL ve YÖNTEM

#### 3.1. Materyal

Bu çalışmada AISI D2 soğuk iş takım çeliği üzerine Ti-B-N filmi kaplanarak, filmin yapısal ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Filmin yapısal özelliklerini incelemek için cam levhalar üzerine aynı ortamda kaplama yapılmıştır. D2 takım çeliği genellikle merdane, kasnak ve hadde silindiri gibi yuvarlanan yatak elemanlarında, matkap ve zımbalarda, ayarlama, kesme, bükme, şekil verme, kalıplama, düzeltme yapan makinelerde ve kesme bıçaklarında kullanılan aşınmaya karşı dirençli yüksek karbonlu soğuk iş takım çeliğidir. Çizelge 3,1’de D2 soğuk iş takım çeliğinin kimyasal bileşimi gösterilmiştir.

Taban malzemeler, kalın taneli zımparadan ince taneli zımparaya doğru sırasıyla 220, 400, 600, 800 ve 1200 meshlik SiC zımparalar ile kaba parlatılmaya tabi tutulduktan sonra metal mikroskopunda yüzey kalitesi kontrol edilmiştir. Mekanik yüzey hazırlama işleminden sonra taban malzemeler %5 nital çözeltisi içerisinde 15 sn süreyle dağlama işlemine tabi tutulmuştur.

**Çizelge 3.1.** AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin ağırlıkça yüzde kimyasal bileşimleri

Taban Malzeme	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V
AISI D2	1.55	0.35	0.30	12	0.3	0.75	0.90

#### 3.2. Kaplama

Ti-B-N filmin, AISI D2 takım çeliği ve cam levhalar üzerine kaplanmasında Şekil 3.1’de şematik olarak gösterilen Teer Coating Ltd. tarafından üretilmiş Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma Sistemi (CFUBMS) kullanılmıştır. Kaplama

parametreleri Taguchi Deney Tasarımı kullanılarak belirlendi (sonuçlar Taguchi'ye göre değerlendirilmemiştir). Çizelge 3.2'de kaplama parametreleri verilmiştir.

**Çizelge 3.2.** Kaplama parametreleri

DEĞİŞKEN PARAMETRELER	SEVİYELER		
	1	2	3
Taban malzeme bias (-V)	30	50	70
Çalışma basıncı (Pa)	0,27	0,33	0,4
Azot akışı (%)	2	4	6

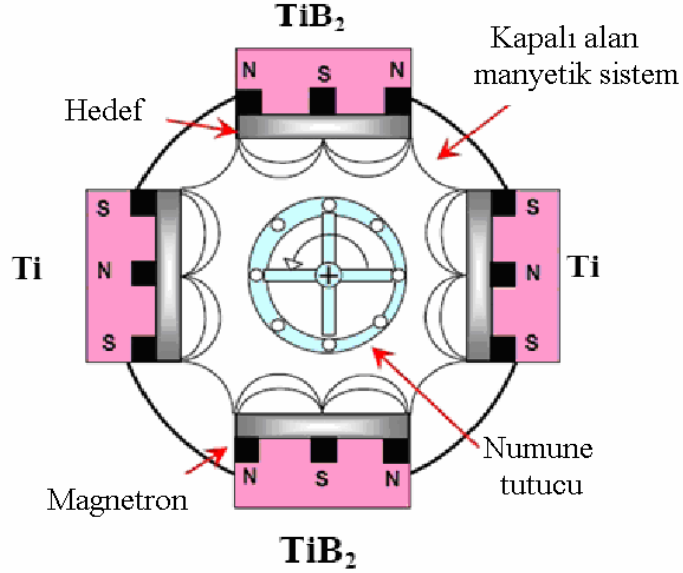
SABİT PARAMETRELER				
	Hedefler ve Akım (A)			
	TiB <sub>2</sub>	Ti	TiB <sub>2</sub>	Ti
Ti kaplama	0.1	3	0.1	3
TiB <sub>2</sub> kaplama	3	2	3	2
TiBN kaplama	4	3	4	3

Deney no	Taban malzeme bias (-V)	Çalışma basıncı Pa, ( $\times 10^{-3}$ Torr)	Azot akışı(%)	Azot/Argon akış oranı
1	30	0.27 (2)	2	0.105
2	30	0.33 (2,5)	4	0.308
3	30	0,4 (3)	6	0.178
4	50	0.27 (2)	4	0.210
5	50	0.33 (2,5)	6	0.220
6	50	0,4 (3)	2	0.059
7	70	0.27 (2)	6	0.313
8	70	0.33 (2,5)	2	0.076
9	70	0,4 (3)	4	0.120

Kaplamaların yoğunluğunu ve üniformluğunu sağlamak için taban malzemelere -30 ile -70 V değerleri arasında bias (-) gerilim uygulandı. Film-taban malzeme arasındaki artık gerilmeleri azaltmak ve filmin adezyonunu artırmak için 5 dk süre ile taban malzemeler üzerine Ti ara tabakası kaplanmıştır (Chu and Shen 2008). Bu işlemten sonra hedeflere akımlar uygulanarak ilk önce TiB<sub>2</sub> kaplama ve daha sonra taban malzemelere 60 dk boyunca TiBN kaplama yapılmıştır. Sistem içerisine 2 adet TiB<sub>2</sub> ve 2 adet Ti hedefler yerleştirilmiştir. Ti-B-N filmler büyütülmeden önce taban malzeme yüzeyinde



bulunabilecek kirlilikleri gidermek amacıyla iyon temizleme işleminde argon soy gazı kullanılmıştır. Vakum odasındaki su buharı miktarını düşürmek için kaplama işleminden önce taban malzemeler 20dk sıçratılmış iyon ile temizlendi (ilk defa kullanılan hedef malzemeler için bu işlem standart olarak normalden uzun (20dk) tutulur). Taban malzeme üzerine daha iyi temas sağlamak, film-taban malzeme ara yüzeyinde oluşacak artık gerilmeleri azaltmak ve daha iyi adezyon sağlamak için taban malzeme ile film arasına Ti ara tabakası kaplanmış (yaklaşık 50-100 nm) ve daha sonra dört hedefe akım verilerek 60 dk süreyle kaplama yapılmıştır.



**Şekil 3.1.** Teer CFUBMS sisteminin şematik gösterimi

### 3.3. Yapısal Özelliklerin İncelenmesi

#### 3.3.1. Optik mikroskop ve SEM çalışmaları

D2 takım çeliği taban malzemelerin kaba ve ince parlatılması sırasında yüzey yapısının incelenmesinde Şekil 3.2'de gösterilen optik mikroskop kullanılmıştır. Cam taban malzeme üzerine kaplanmış Ti-B-N filmin mikro yapısı ve kalınlığı Taramalı Elektron Mikroskop (Jeol 6400-SEM, Şekil 3.3) ile incelenmiştir.



Şekil 3.2. Optik mikroskop



Şekil 3.3. Taramalı elektron mikroskobu

### 3.3.2. XRD çalışmaları

Ti-B-N kaplama filmin yapısal özelliklerini incelemek için,  $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$  dalga boyuna sahip Cu-K $\alpha$  kaynaklı Rigaku- 2000D/Max XRD (X ışını kırınım ölçer) cihazı (Şekil 3.4) ile yapıldı. Ölçüm değerleri  $2\theta = 0-100^\circ$  tarama açısında  $2.0^\circ/\text{dak-1}$  da elde edildi. Filmlerden elde edilen kırınımlar neticesinde ortaya çıkan grafikler, XRD cihazını kontrol eden bilgisayarda mevcut standart JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pik listeleri ile karşılaştırılarak değerlendirildi.



Şekil 3.4. X ışını kırınım ölçer



Şekil 3.5. Mikrosertlik cihazı

## 3.4. Mekanik özelliklerin test edilmesi

### 3.4.1. Mikrosertik ölçümleri

AISI D2 taban malzeme üzerine büyütülen Ti-B-N filmin mikrosertlik ölçümlerinde Buehler Micromet 2001 Mikrosertlik cihazı kullanıldı (Şekil 3.5).  $136^\circ$  satıh açılı Vickers elmas kare piramit uç, 10 gf'lik bir yükte 15 saniye süreyle film yüzeyine bastırılarak yüzeyde deformasyon izleri oluşturuldu. 15 saniyelik bir yükleme sonrasında kaplama yüzeyinde meydana gelen izler bir CCD kamera ile izlendi ve oluşan izin köşegen uzunluklarının ortalaması alınıp aşağıdaki formülde yerine konularak kaplama sertliği Vickers cinsinden hesaplandı.

$$\text{Vickers Sertliđi} = 1.854x \frac{F}{d^2}$$

### 3.4.2. Nanosertlik ölçümleri

AISI D2 taban malzeme üzerine büyütülen Ti-B-N filmin nanosertlik ölçümlerinde Shimadzu marka, DUH- W201, DUH-W201S model cihaz (Şekil 3.6) kullanılmıştır. 0,1 µm yarıçaplı vickers elmas uç 20, 30, 40, 50 mN yükler altında 15 mN/s yükleme hızında 10 saniye boyunca film yüzeyine bastırılarak yük-iz derinliđi ve zaman-iz derinliđi grafikleri elde edildi. Bu grafiklerden faydalanılarak filmin elastiklik modülü ve nanosertlik deđerleri tespit edildi.



Şekil 3.6. Nanosertlik cihazı

### 3.4.3. Adezyon ölçümleri

#### 3.4.3.a. Indentation test

TiBN filmlerin taban malzemeye olan adezyonunu kontrol için Buehler Micromet 2001 Mikrosertlik cihazı kullanıldı (Şekil 3.7). 136° satıh açılı Vickers elmas kare piramit uç ile 10g, 25g, 50g, 100g, 200g, 300g ve 500g kuvvetlerde filmlere yük uygulandı. Film yüzeyinde oluşan izler taramalı elektron mikroskopyu (SEM) ile görüntülendi.



Şekil 3.7. Indentation test cihazı

#### 3.4.3.b. Scratch (çizik) test

Scratch testi için CSM Instruments tarafından üretilen Revetest test cihazı (Şekil 3. 8) kullanılmıştır. Kritik yükleri ölçmek için standart adezyon testi yapılmıştır. Filmlere başlangıç olarak 0,2N yük uygulandı, 100 N/dk yükleme oranı ve 10 mm/dk hız ile filmler 9mm boyunca çizildi.



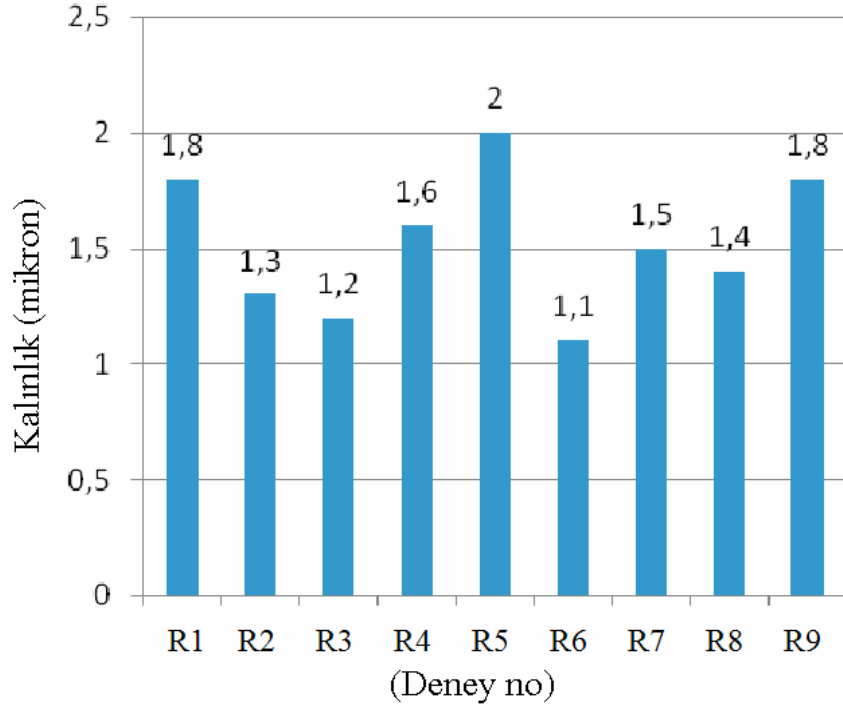
**Şekil 3.8.** Scratch test cihazı

## 4. ARAŞTIRMA BULGULARI

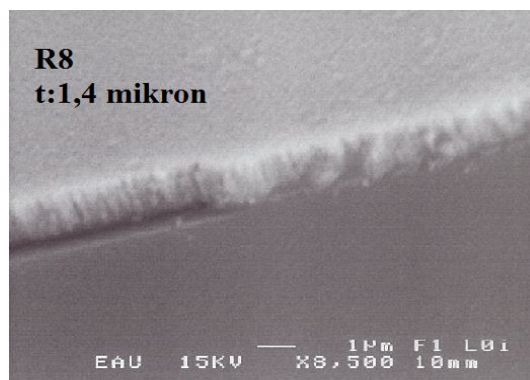
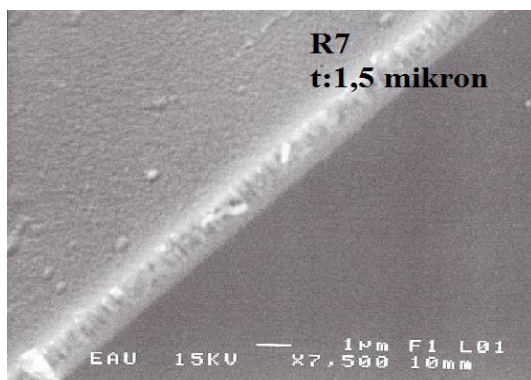
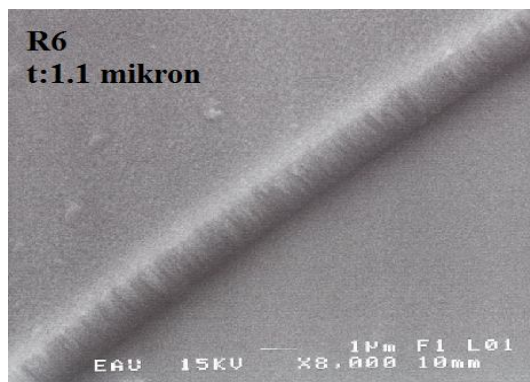
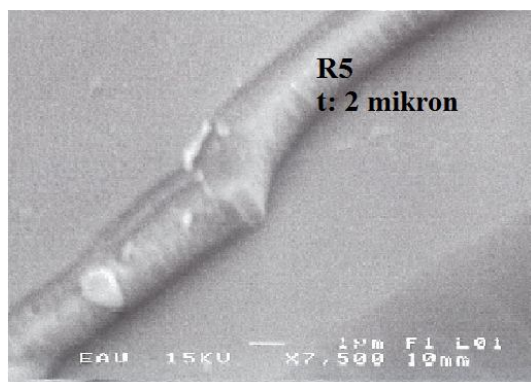
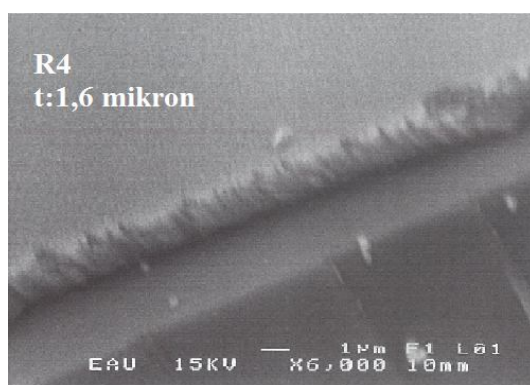
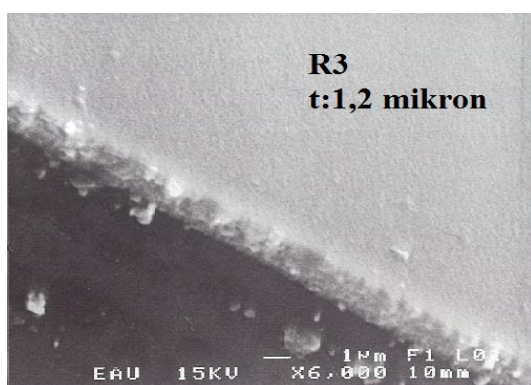
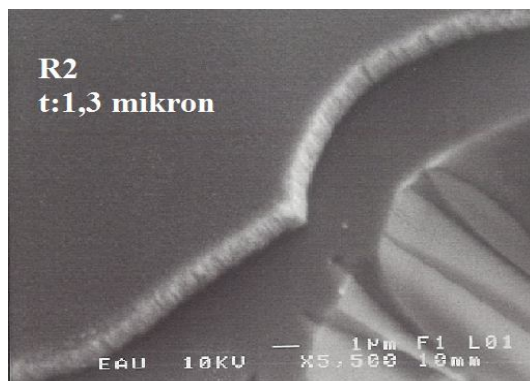
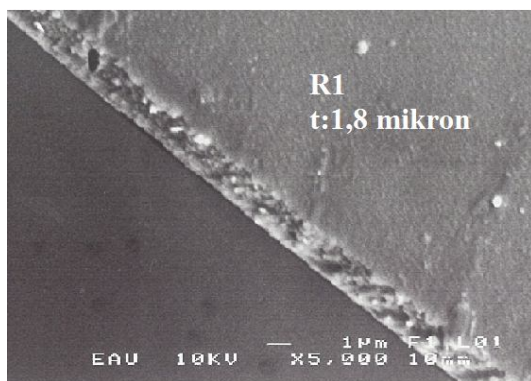
### 4.1. Filmin Yapısal Özellikleri

#### 4.1.1. Filmin yapısı ve kalınlığı

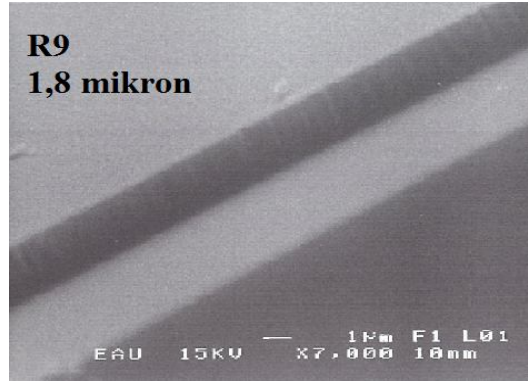
Manyetik alanda sıçratma yöntemi ile cam taban malzemeler üzerine büyütülen Ti-B-N filmin mikroyapısal karakteristiği ve film kalınlığı taramalı elektron mikroskopundan (SEM) alınan görüntüler ile belirlendi. Dokuz farklı kaplama parametrelerine göre büyütülen TiBN filmlerin kalınlık değerleri şekil 4.1’de ve SEM görüntüleri Şekil 4.2’de gösterilmiştir.



Şekil 4.1. TiBN filmlerin kalınlık değerleri







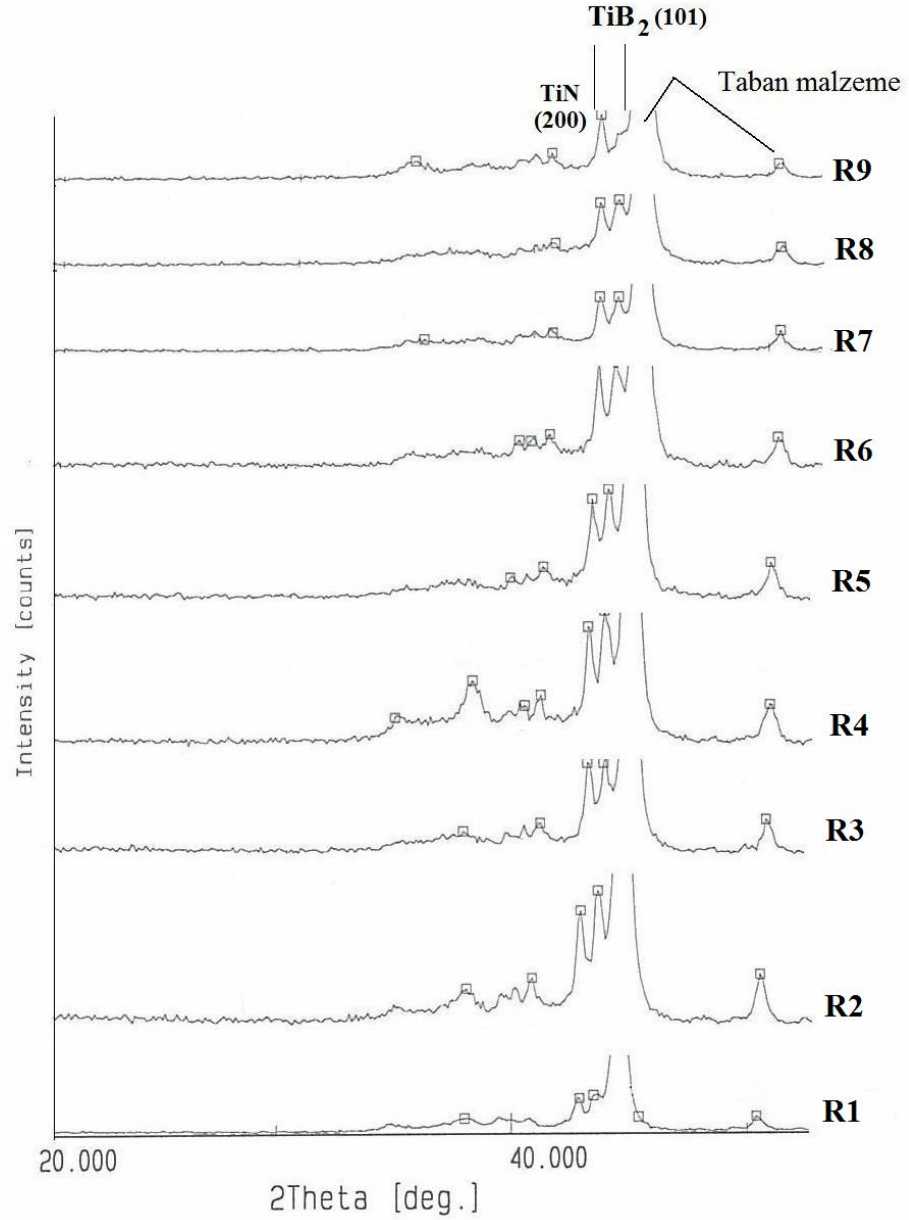
**Şekil 4.2.** TiBN filmlerin kesit resimleri

Manyetik alanda sıçratma yöntemi ile üretilen Ti-B-N filmler çok yoğun ve kolonlu bir yapıda olduğu görülmüştür. Maksimum film kalınlığına 5. deney sonucunda  $2\mu$  olarak ulaşılmış, minimum film kalınlığı ise 6. deneyde  $1,1\mu$  olarak tespit edilmiştir. Film kalınlıkları, taban malzemeye uygulanan bias değerlerine göre üçerli gruba (-30V, -50V, -70V) ayrıldığında, grup içinde N/Ar oranı arttıkça filmin kalınlığının da arttığı gözlemlenmiştir. Cam malzeme üzerine büyütülen TiBN filmlerin yapısının genelde yoğun ve kolonsal bir yapıya sahip olduğu görülmüştür.

#### 4.1.2. XRD sonuçları

Kaplama esnasında ortama düşük miktarda  $N_2$  gazı ilave edildiğinde Ti-B-N kristalleri oluşturulabilmektedir. Fakat oluşan bu Ti-B-N film düşük miktarda kristalitede veya amorf yapıda oluşmaktadır. Çoğu Ti-B-N filmler  $0,6$  sccm' den yüksek  $N_2$  gazı akışlarında oluşturulabilmekte, oluşan bu yapıda tamamen amorf yapıda olmaktadır. Yapılan çalışmaların sonucu şunu göstermektedir ki; yeterince düşük orana sahip  $N_2$  gaz akışlarında büyütülen filmlerde  $TiB_2(N)$  katı çözültisi oluşmaktadır. Daha yüksek N gazı ortamlarında kristal yapı tamamen bozulup amorf hale gelmektedir (Wong and Lee 1999). D2 takım çeliği üzerine büyütülen Ti-B-N kaplamaların XRD spektrumları Şekil 4.3'de gösterilmiştir. Buna göre filmde en belirgin kristalografik yansıma  $TiB_2$  (101) yansımasıdır. Bu yapı sert ve kırılğan bir yapıdır. Daha az belirgin olan TiN (200) ve

yansıma vermeyen amorf yapıdaki B-N fazları kırılğan olan  $TiB_2$  kaplama filmini daha kullanılabilir hale getirmiştir.



**Şekil 4.3.** TiBN filmlerin XRD spektrumları

Amorf yapıdaki malzemeler kompleks atomik bağlarla karakterize edilmektedirler. Bu tür yapılar temelde reaktif sıçratmadan kaynaklandığı iddia edilmektedir. Reaktif olmayan sıçratma yöntemlerinde nanokristal yapıda  $Ti(B,N)$  fazlarının oluştuğu

bilinmektedir. Bu amorf yapılar  $TiB_2$  hedefler kullanılarak yapılan çalışmalarda da gözlenmiştir. Reaktif sıçratma sonucu büyütülen Ti-B-N filmlerde farklı oranlarda Ti-N, B-N, Ti-B bağları oluşmaktadır. Düşük  $N_2$  oranlarında Ti-B bağları, yüksek  $N_2$  oranlarında ise Ti-N ve B-N bağları baskın olarak yapıda yer almaktadır (Wiedeman *et al.* 1999).

## 4.2. Filmin Mekanik Özellikleri

### 4.2.1. Mikrosertlik sonuçları

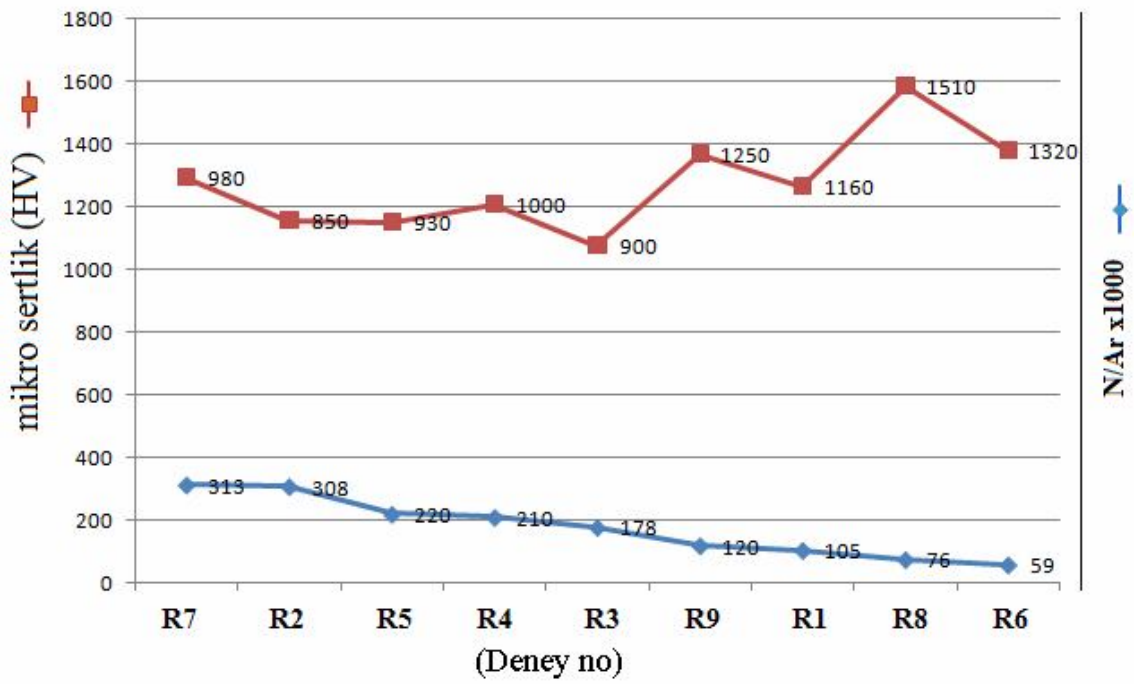
D2 soğuk iş takım çeliğinin üzerine büyütülen TiBN kaplama ince filmlerin 10gf yükte elde edilen mikro sertlik değerleri Çizelge 4.1’de verilmiştir.

**Çizelge 4.1.** TiBN filmlerin mikrosertlik değerleri

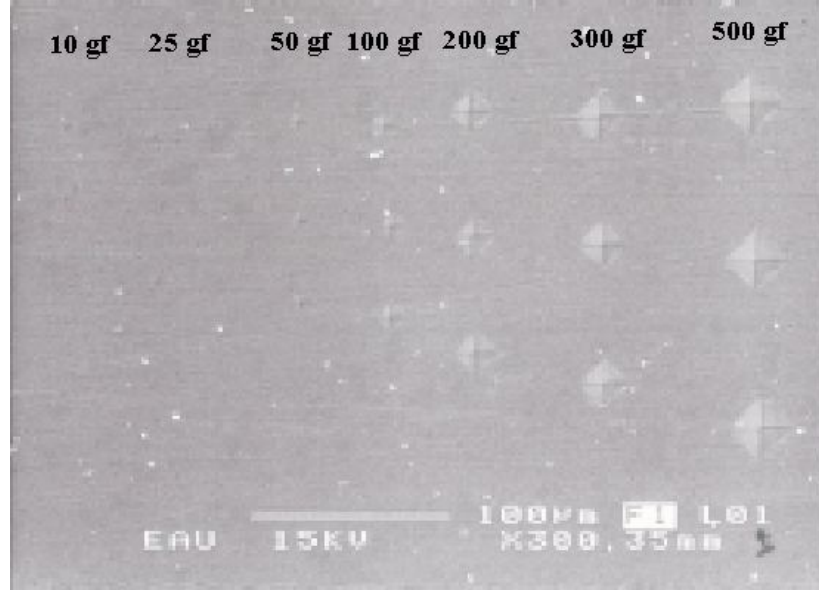
TiBN filmlerin mikrosertlik değerleri ( $HV_{0.01}$ )									
Taban malzeme	Deney no								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
<b>D2</b>	1160	850	900	1000	930	1320	980	1510	1250

Ti-B-N kaplama filminin en önemli avantajlarından biri yüksek sertliğe sahip olmasıdır (Son et al. 2002). Ti-B-N filmin sertliği büyük oranda kaplama sırasındaki koşullara (taban malzeme sıcaklığı, bias voltajı, sıçratma gücü, vakum vb.) bağlıdır (Lu et al. 2007). Ti-B-N filmin sertliği B ve N miktarlarına bağlı olarak da değişmektedir. Yapılan bir çalışmada, %55 B ve %15 N değerlerinde 50 GPa sertliğe ulaşılmıştır (Heau and Terrat 1998). Wong and Lee (1999), çalışmalarında toplam gaz basıncı arttıkça (N gaz akışının değeri arttıkça) filmin sertliği 44 GPa’dan 27 GPa’a düştüğünü bildirmişlerdir. Bunun sebebini, gaz basıncı arttıkça filmin yapısı kristal yapıdan amorf faza dönüşmesi olarak açıklamışlardır. Bu çalışmada D2 takım çeliği üzerine büyütülen Ti-B-N filmin maksimum mikrosertliği 1510  $HV_{0.01}$  olarak belirlenmiştir. Taban malzeme olarak kullanılan D2 takım çeliğinin mikrosertliği ise 850  $HV_{0.01}$  olarak belirlenmiştir. Bu çalışmada ulaşılan maksimum mikrosertlik değerinin 8. deneyde (-

70V, 0.076 N/Ar) elde edilmiş olmasının sebebi, düşük N/Ar gaz akış oranının bu deneyde olmasına bağlanmıştır. N/Ar gaz akış oranı arttıkça filmin sertliğinin azaldığı görülmüş ve literatürdeki çalışmalar bu sonucu desteklemiştir. Şekil 4.4'de TiBN kaplama filmlerin mikrosertlik değerlerinin N/Ar akış oranı ile değişimi verilmiştir. Şekil 4.5'de ise maksimum mikro sertlik değerinin elde edildiği TiBN filmin iz görüntüsü verilmiştir.



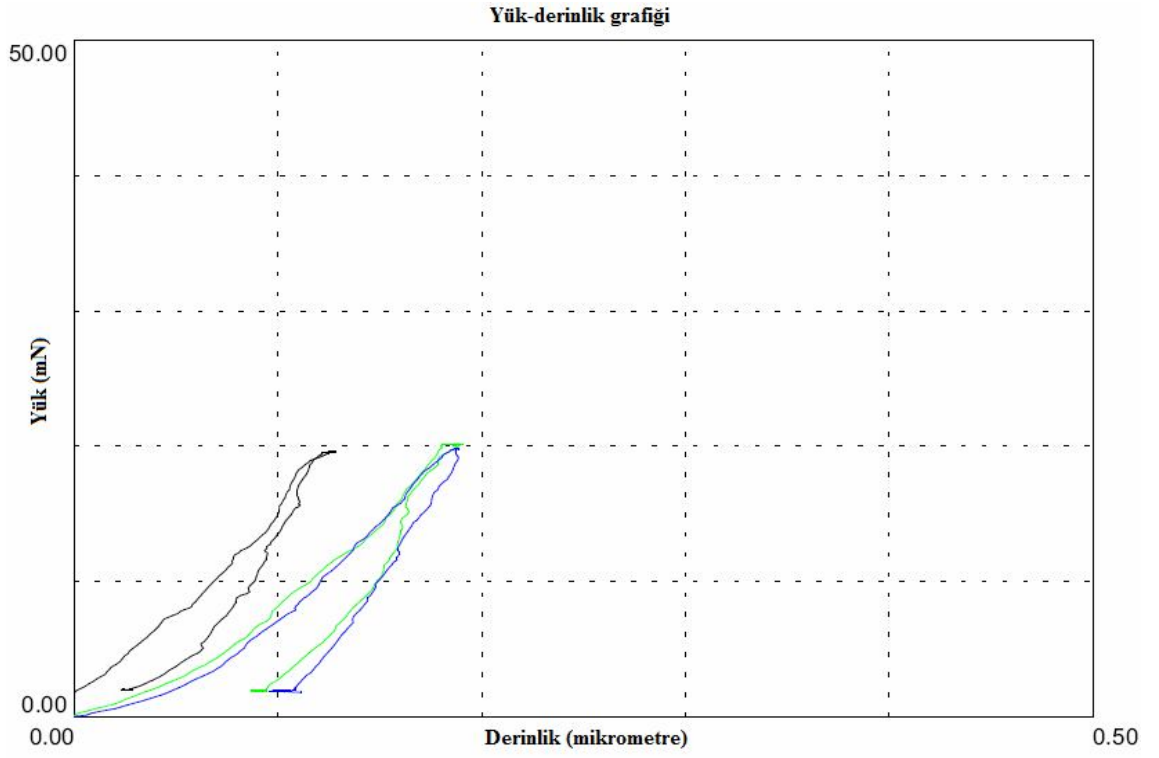
Şekil 4.4. TiBN filmlerin mikro sertlik-N/Ar oranı grafiği



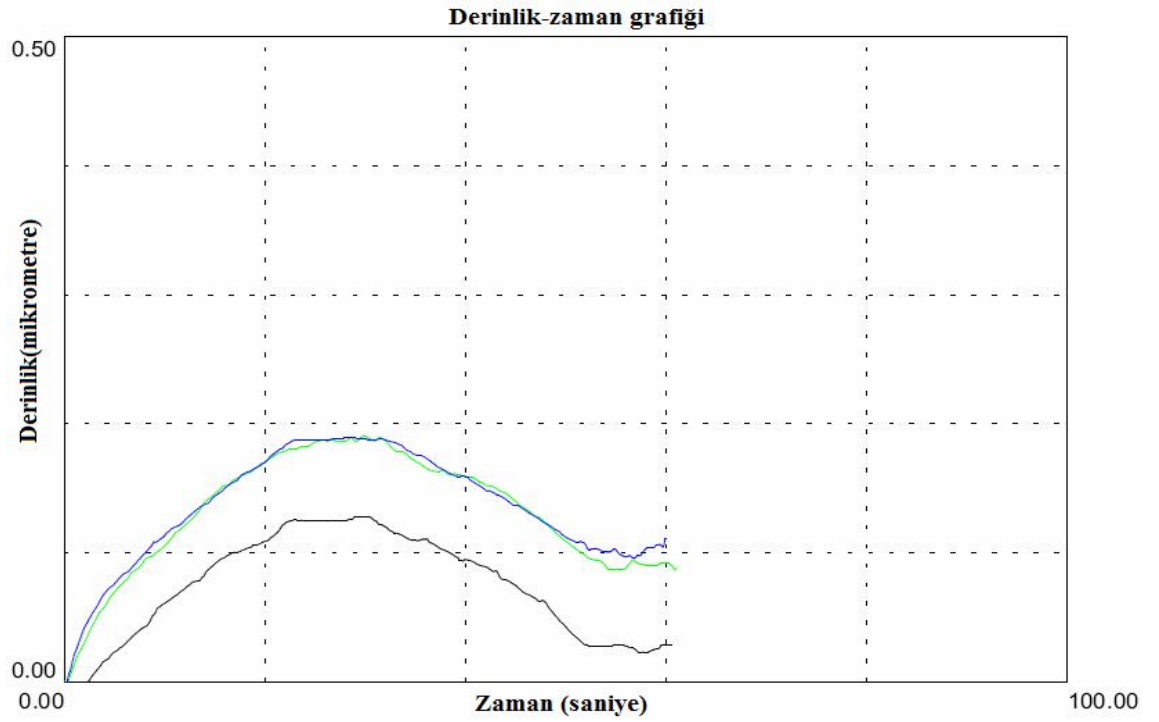
**Şekil 4.5.** Ti-B-N kaplama ince filmin mikrosertlik iz görüntüsü

#### 4.2.2. Nanosertlik sonuçlar

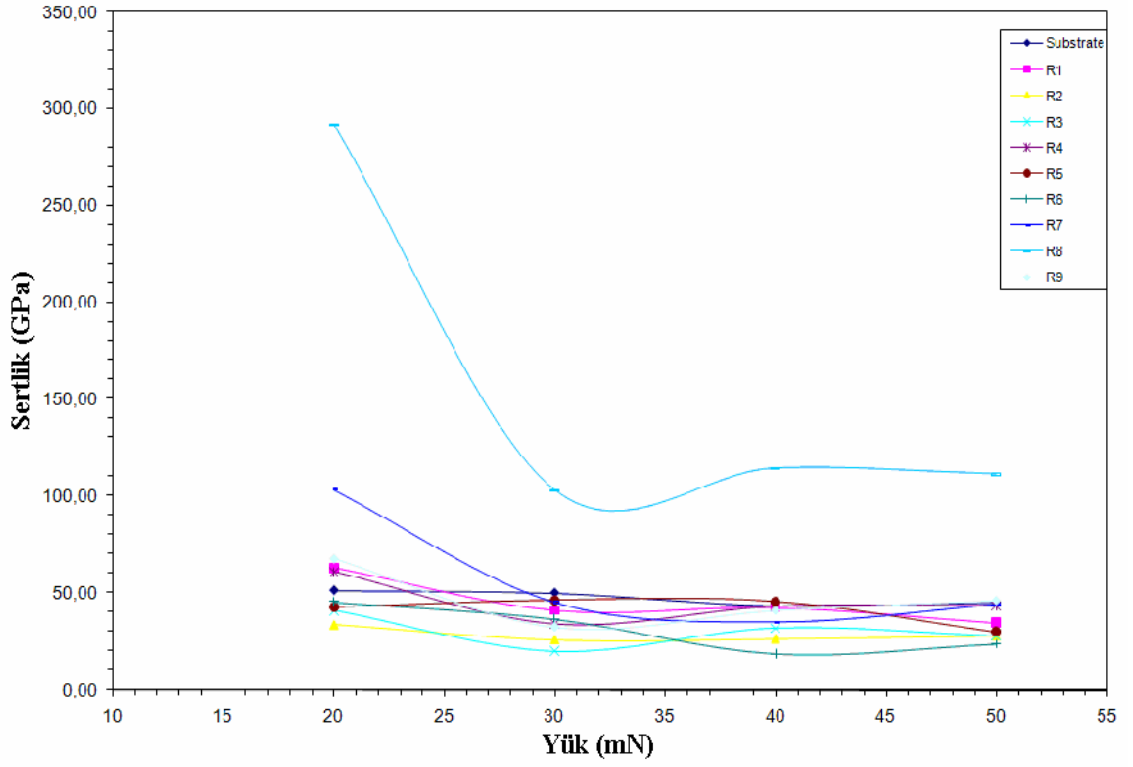
AISI D2 takım çeliği üzerine kaplanan Ti-B-N filmlerde yapılan nanosertlik çalışmalarında ulaşılan maksimum sertlik değeri 8. deney şartlarında (-70V, 0.076 N/Ar) büyütülen film için elde edilmiş ve 20 mN yük altında 291 GPa olarak belirlenmiş, taban malzemenin sertliği ise 51 GPa olarak ölçülmüştür. Elde edilen bu yüksek değer, yeterli düzeyde düşük azot/argon akış oranına ve diğer kaplama parametrelerinin optimum değerinin bu kaplama olduğuna bağlanmaktadır. 8.deney şartlarında elde edilen yük-derinlik ve derinlik-zaman grafiği Şekil 4.6 ve 4.7’de gösterilmiştir. D2 takım çeliği üzerine büyütülen Ti-B-N film için elde edilen maksimum elastiklik modülü değeri ise yine 8.deney şartlarında üretilen filmlerde elde edilmiş ve 20 mN yükte 771 GPa olarak belirlenmiş, taban malzemenin elastiklik modülü ise 411 GPa olarak ölçülmüştür. Bu sonuçlara göre elde edilen maksimum sertlik azot akış miktarının düşük olduğu deney şartlarında elde edilmiş, azot akış oranı arttıkça filmin sertliğinin azaldığı görülmüştür. TiBN filmlerin sertlik ve elastiklik modülü grafikleri Şekil 4.8 ve 4.9’da gösterilmiştir.



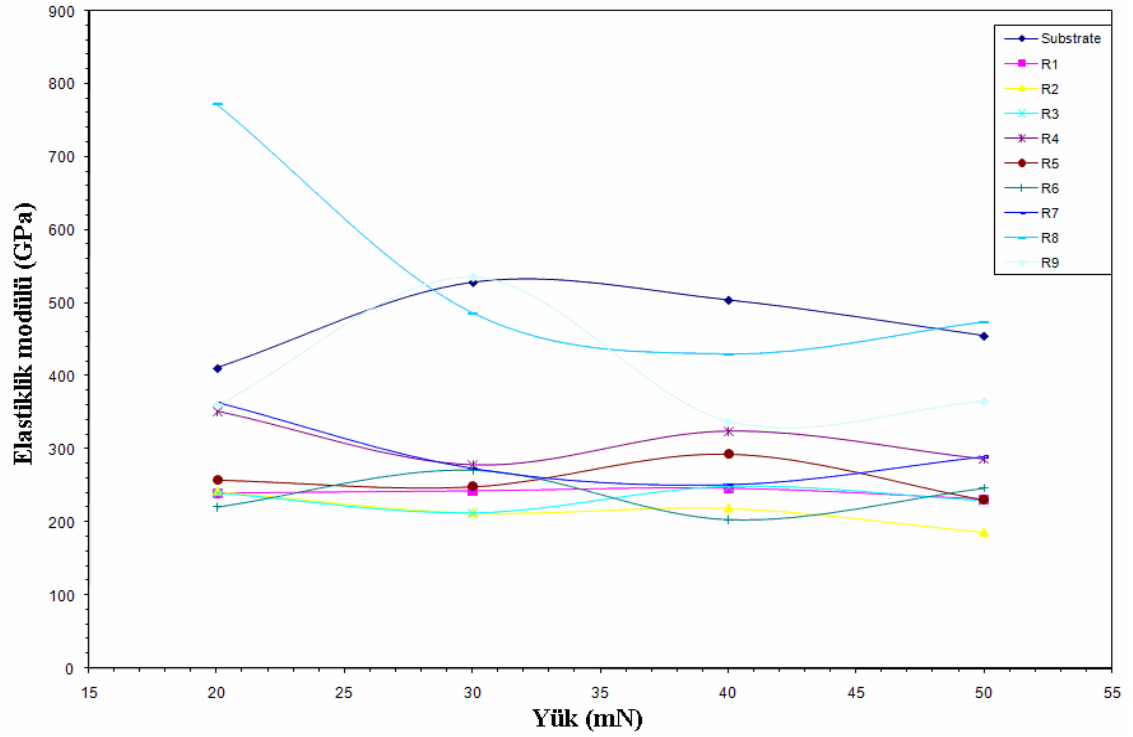
**Şekil 4.6.** 8.deney şartlarında elde edilen TiBN filmin yük - derinlik grafiği



**Şekil 4.7.** 8.deney şartlarında elde edilen TiBN filmin derinlik - zaman grafiği



Şekil 4.8. TiBN filmlerin yük - nanosertlik grafiği

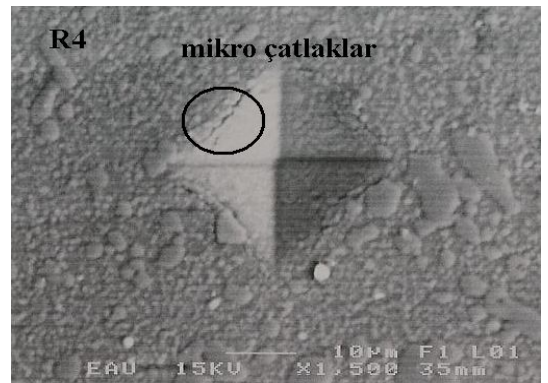
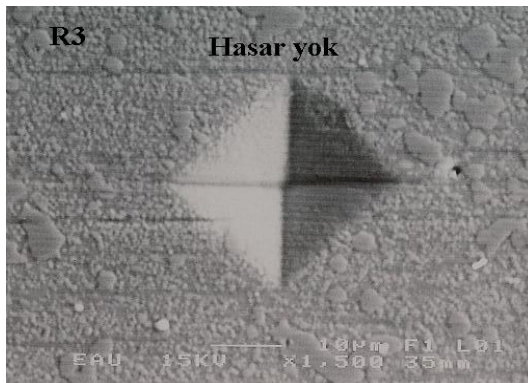
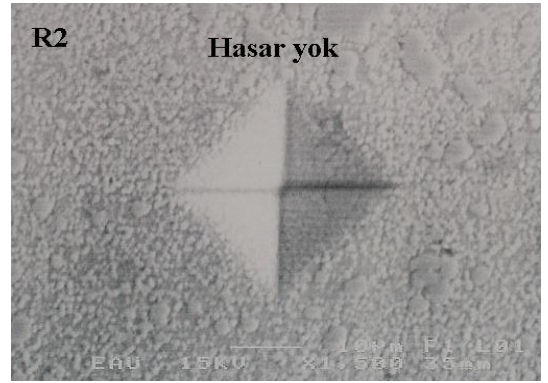
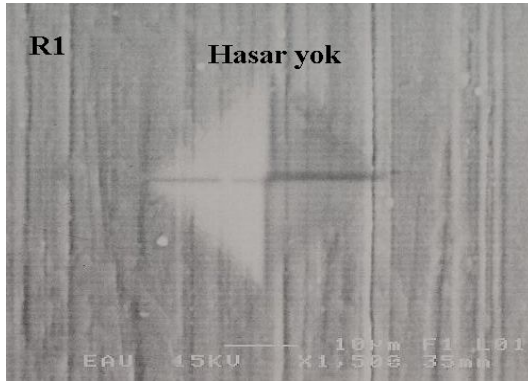


Şekil 4.9. TiBN filmlerin yük - elastiklik modülü grafiği

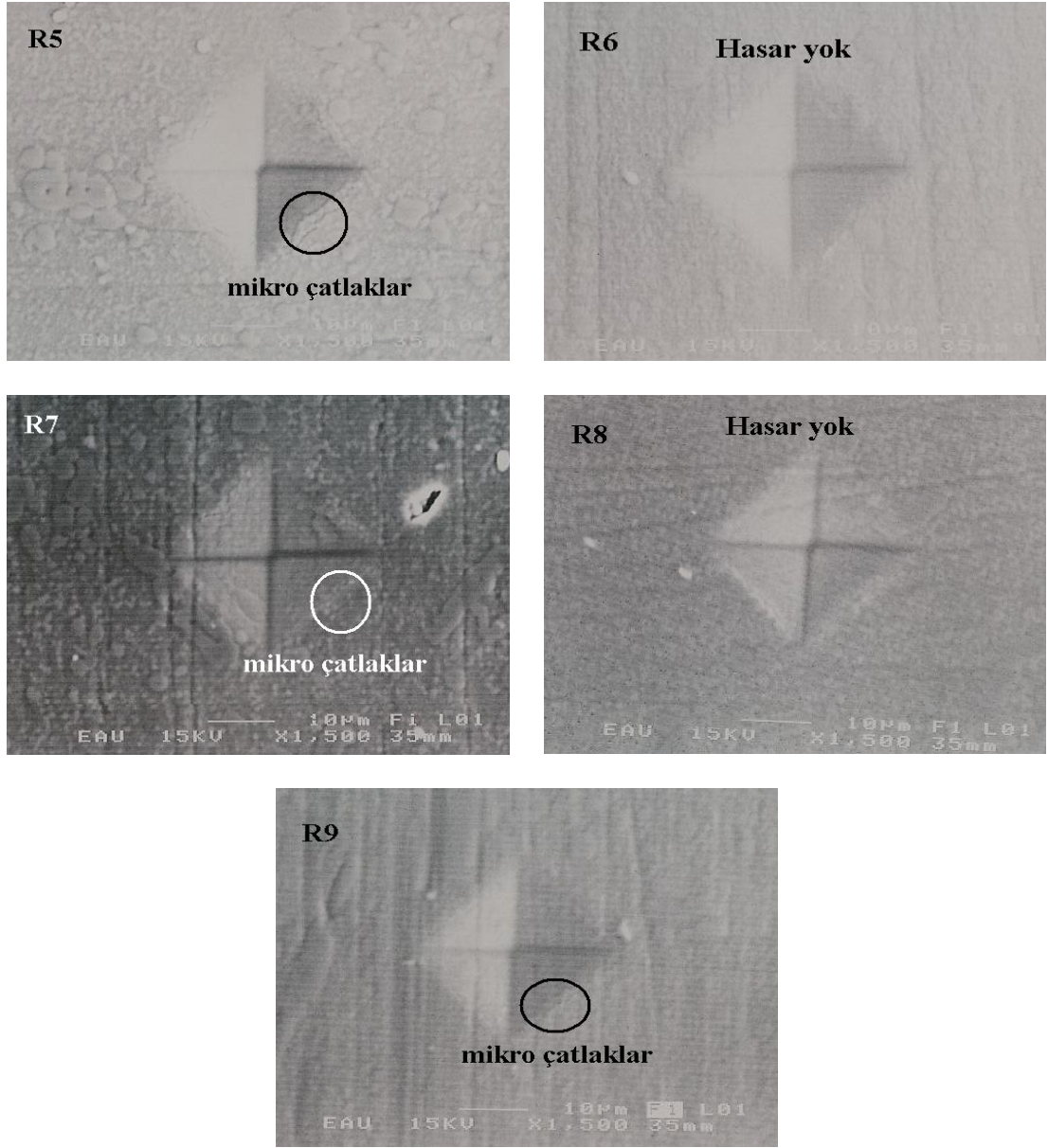
### 4.2.3. Adezyon test sonuçları

#### 4.2.3.a. Indentation test sonuçları

TiBN kaplama ince filmlere uygulanan indentation testte vickers batıcı uç kullanıldı. Film yüzeylerinde elde edilecek iz bölgelerinde deformasyon (çatlaklar / adeziv, kohesiv deformasyon) oluşturmak için filmlere 10g, 25g, 50g, 100g, 200g, 300g ve 500g kuvvet uygulandı. Elde edilen izler taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelendi. Uygulanan en yüksek yük değerinde bile iz kenarlarında çok az mikro çatlak oluştuğu ve adeziv ayrılmaların olmadığı tespit edilmiştir. Bu sonuçlar Çizelge 2.2'ye göre değerlendirilirse, HF1 sınıfına dâhil edilebilir. Bu sonuç, kaplanan TiBN filmlerin taban malzemeye adezyonun (yapışkanlık) çok iyi olduğunun bir göstergesi olarak değerlendirilmiştir. Şekil 4.10'de 500gf yükte elde edilen indentation izleri gösterilmiştir.







**Şekil 4.10.** 500gf altında yapılan indentation adezyon test resimleri

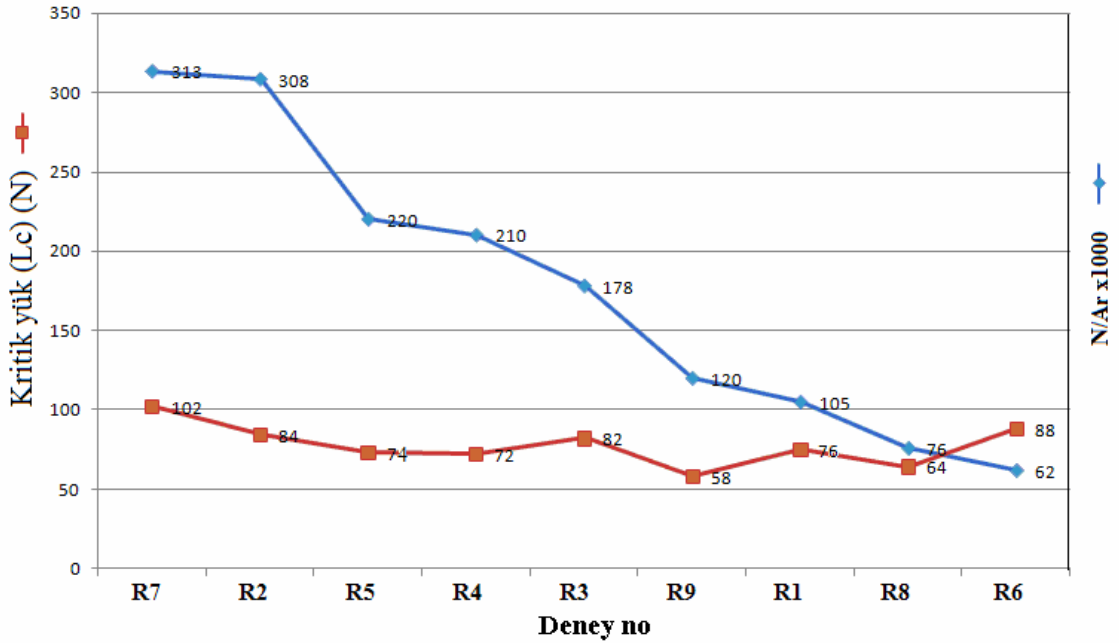
#### 4.2.3.b. Scratch (çizik) test sonuçları

Çizik test sonucu dokuz farklı deney şartlarında büyütülen TiBN filmlerden elde edilen Lc değerleri Çizelge 4.2 ve Şekil 4.11’da gösterilmiştir.

Çizelge 4.2. TiBN filmlerin kritik yük ( $L_c$ ) değerleri

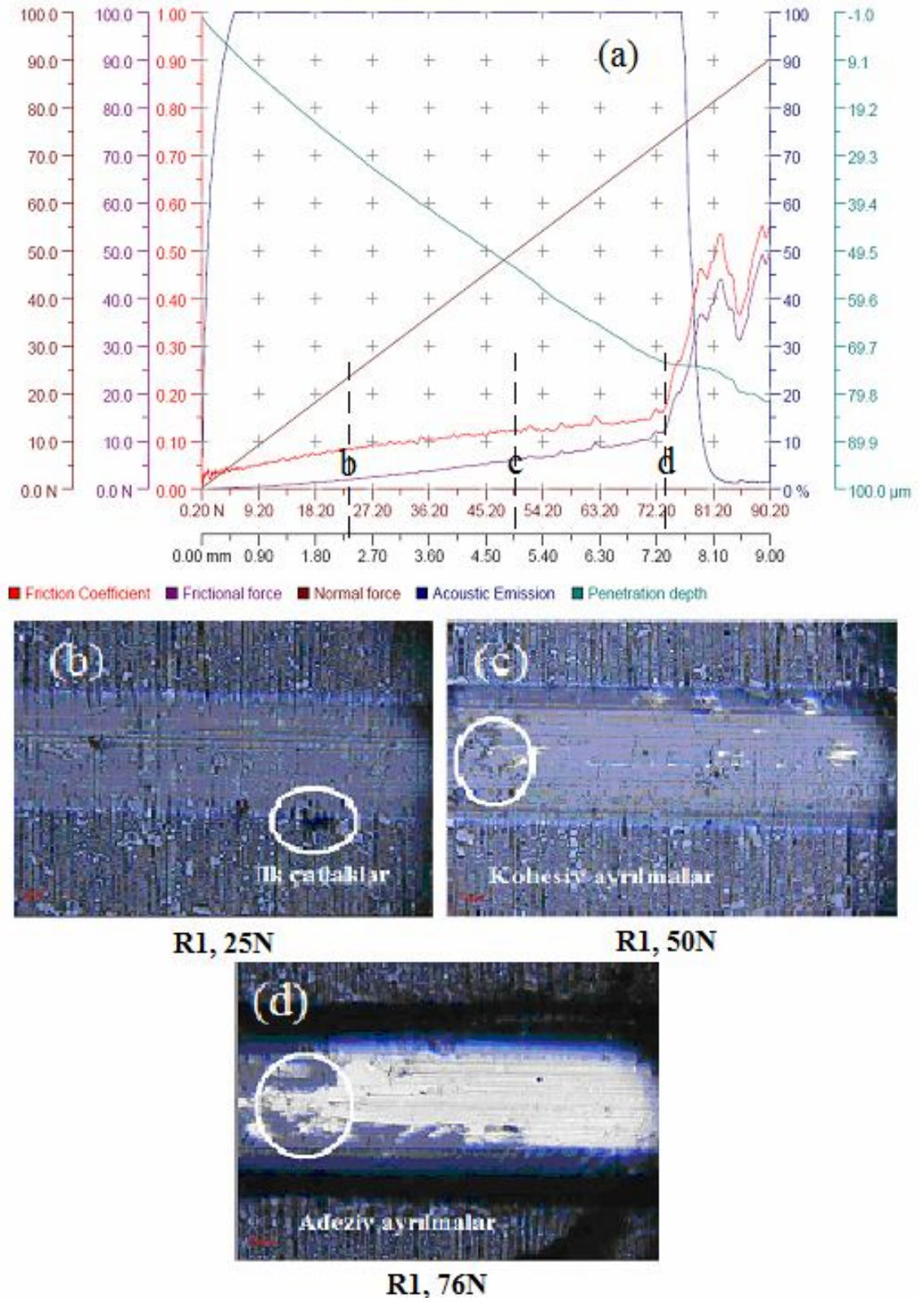
		TiBN kaplama ince filmlerin $L_c$ değerleri (N)								
		Deney no								
Taban malzeme		1	2	3	4	5	6	7	8	9
D2		76	84	82	72	74	88	102	64	58

Çizme testi, kaplama-taban malzeme sisteminin dinamik yük taşıma kapasitesini ve sürtünme özelliklerini değerlendirmek için kullanılan yöntemlerden biridir. Sürtünme katsayısındaki ilk kırılma ya da keskin artışı gözlemlendiği “düşük kritik yük” ya da normal yük, yük taşıma kapasitesinin bir ölçüsü olarak kullanılır (Zhang *et al.* 2002).

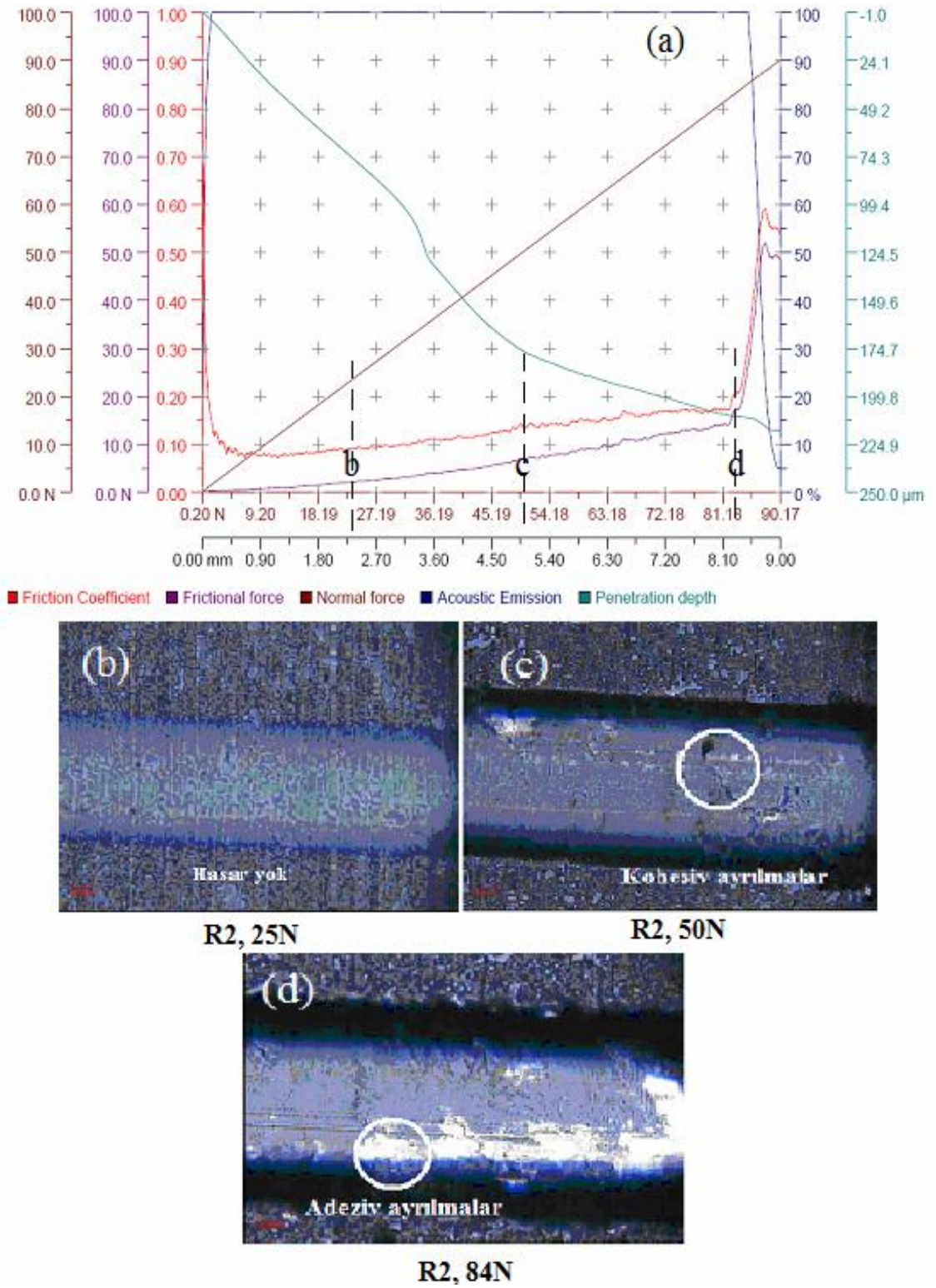
Şekil 4.11. TiBN filmlerin  $L_c$  (kritik yük) – N/Ar akış oranı grafiği

TiBN filmler için en düşük kritik yük değeri, 9. deney şartlarında (-70V bias, 0.12 N/Ar)  $L_c=58$ N olarak belirlenmiştir. En yüksek  $L_c$  değeri ise 7. deney şartlarında (-70V bias, 0,313 N/Ar) 102N olarak elde edilmiştir. Büyütülen filmlerin adezyonu ile N/Ar gaz akış oranı arasında bir ilişki kurulamamıştır. Wiedemann *et al.*(1999)'nin reaktif

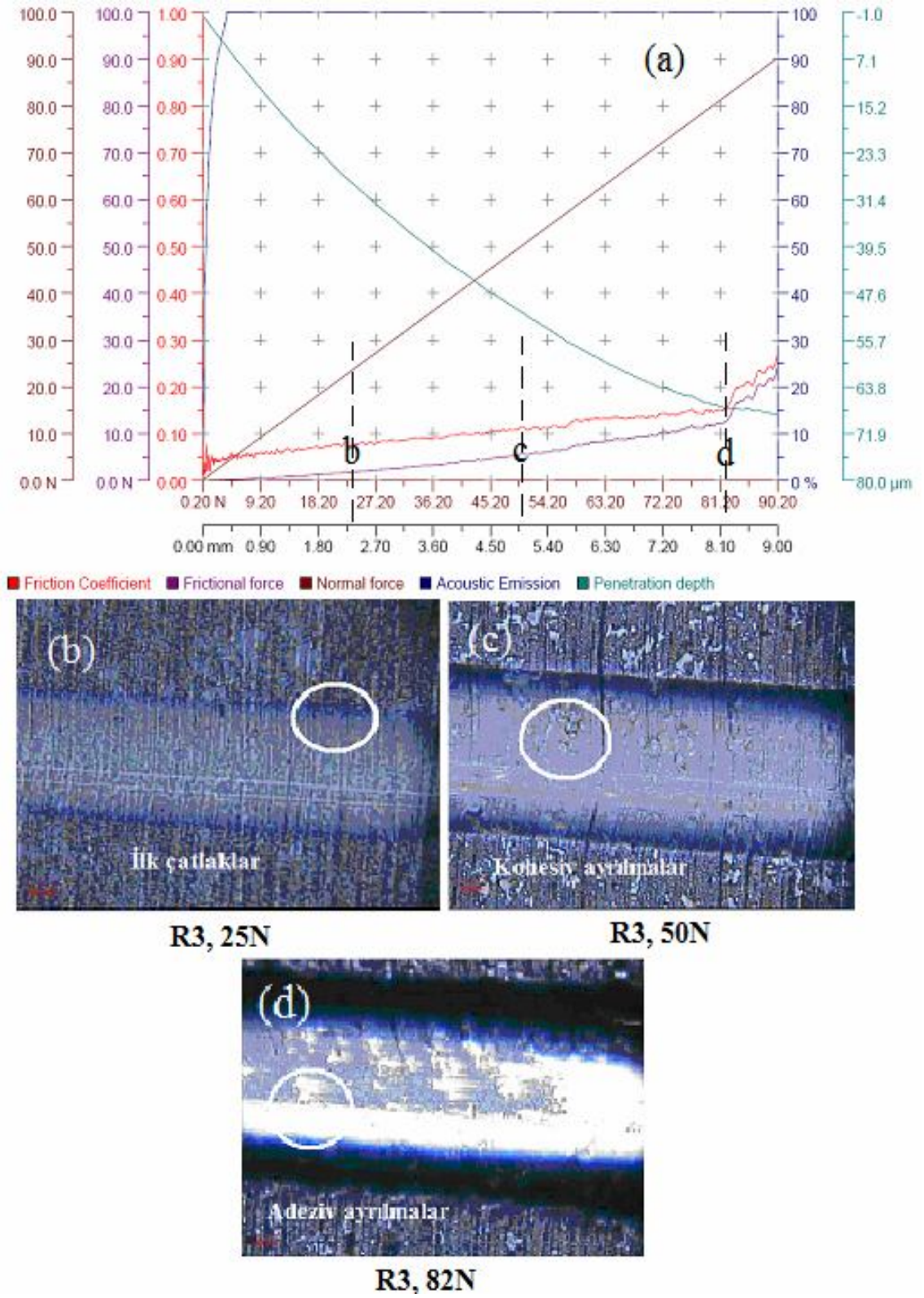
magnetron sıçratma ile büyüttükleri amorf yapıdaki TiBN filmin adezyonunu 12-19N aralığında olduğunu belirlemişlerdir. Bu düşük adezyon değerlerinin sebebini, ya TiN ara tabakasının ince olmasına ya da adezyonun filmin yapısından (kristal veya amorf) bağımsız olabileceğine bağlamışlardır. Yapılan diğer bir çalışmada (Garcı'a-Luis *et al.* 2005), DC magnetron sıçratma ile büyütülen TiBN ince filmin maksimum kritik yük (Lc) değeri 90N olarak belirlenmiş, azot akış oranı ve taban malzemeye uygulanan bias değeri arttıkça filmin adezyonunun azaldığı gözlemlenmiştir. Yapılan bu çalışma ile literatür çalışmaları karşılaştırıldığında, elde edilen kritik yük değerleri literatürde elde edilen kritik yük değerlerinden daha yüksektir. Bu sonuç Ti ara tabakanın yeterli kalınlığa (yaklaşık 50–100 nm) sahip olmasına ve kristal yapının kısmen amorf oluşuna, mikrosertlik değerlerinin 2GPa değerinin altında olmasına bağlı olarak değerlendirilmiştir. Filmlerin adezyon değerleri, sertliği ve kaplama sırasında uygulanan bias değerleri karşılaştırıldığında, sabit bias değerlerinde, filmlerin sertliği arttıkça adezyonun azaldığı gözlemlenmiştir. Aşağıdaki şekillerde TiBN filmlerin çizik test sonuçları gösterilmiştir.



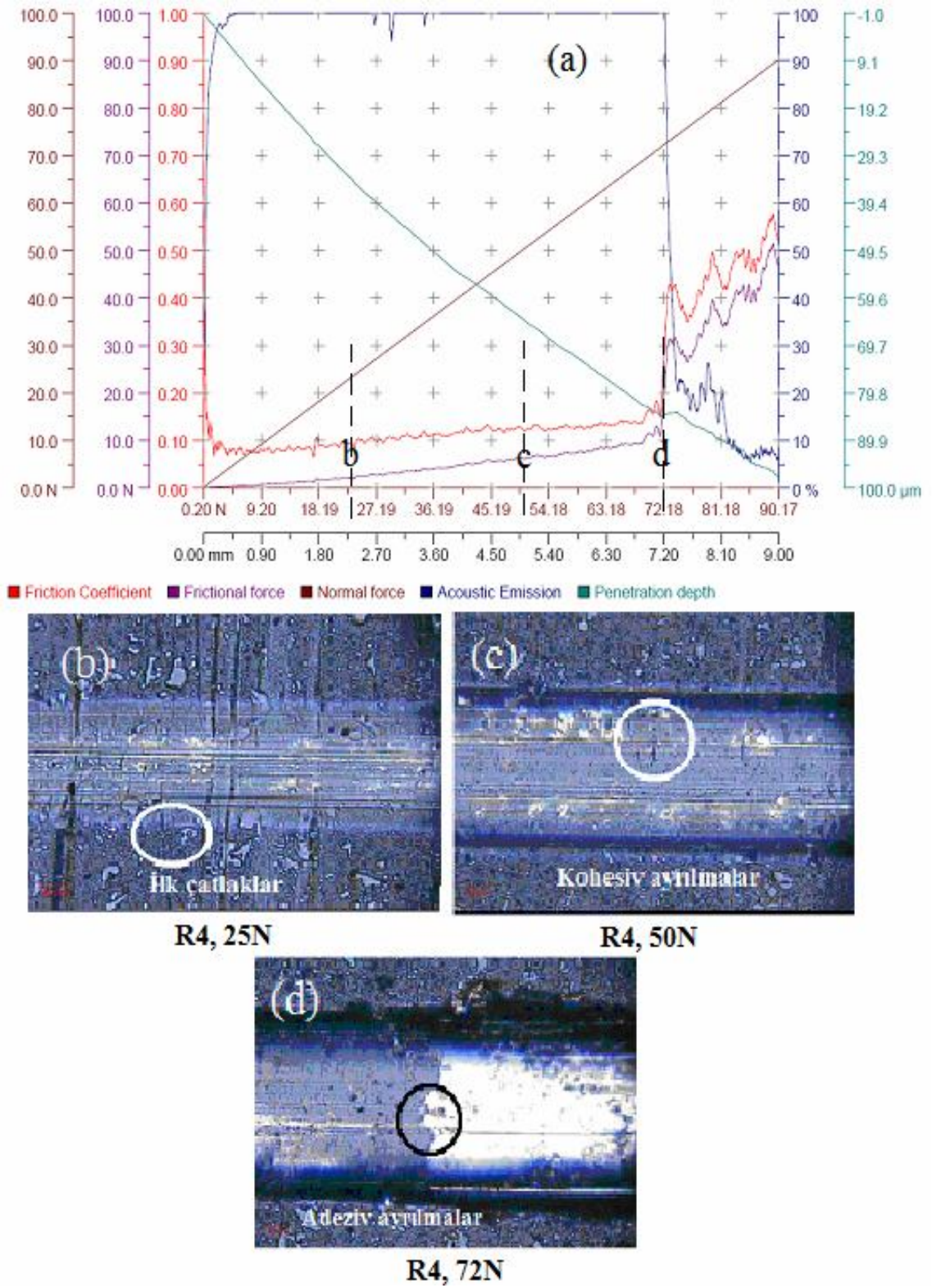
Şekil 4.12. a,b,c ve d. TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R1)



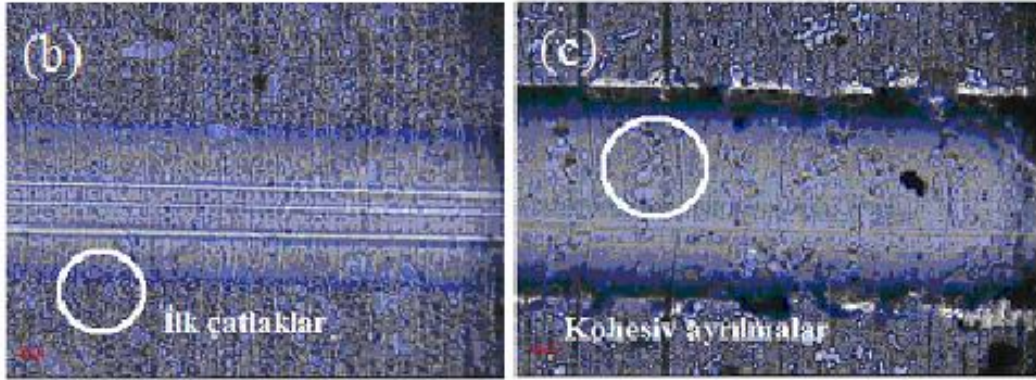
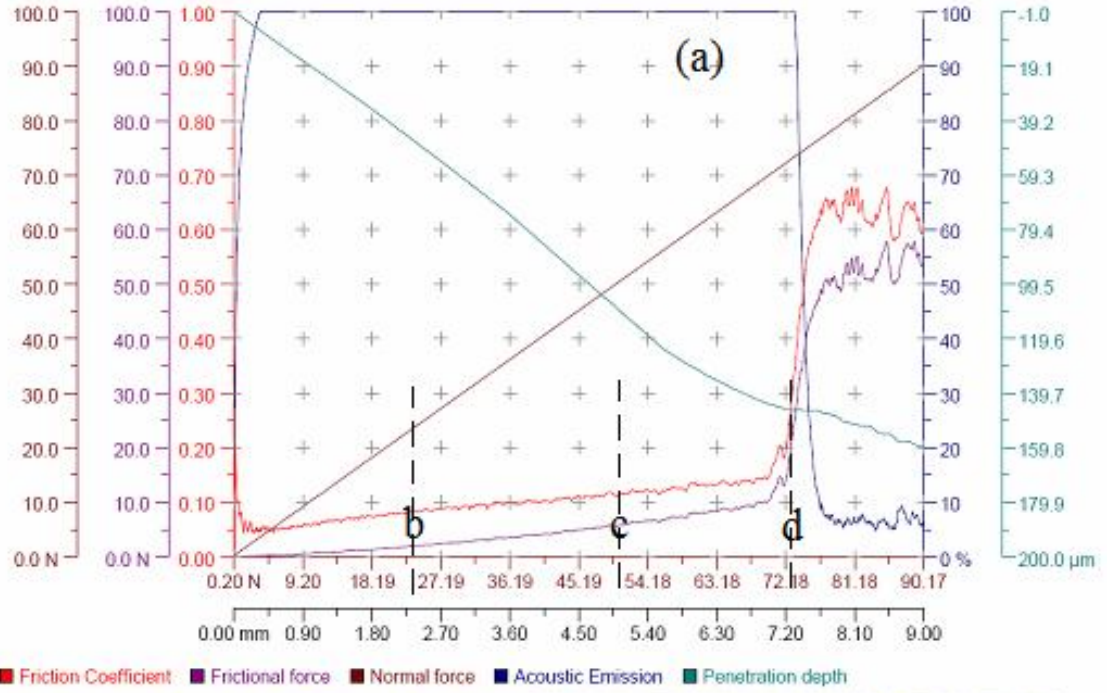
Şekil 4.13. a,b,c ve d. TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R2)



Şekil 4.14. a,b,c ve d. TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R3)

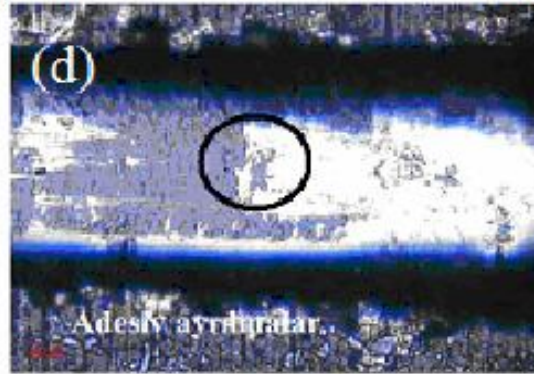


Şekil 4.15. a,b,c ve d. TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R4)



R5, 25N

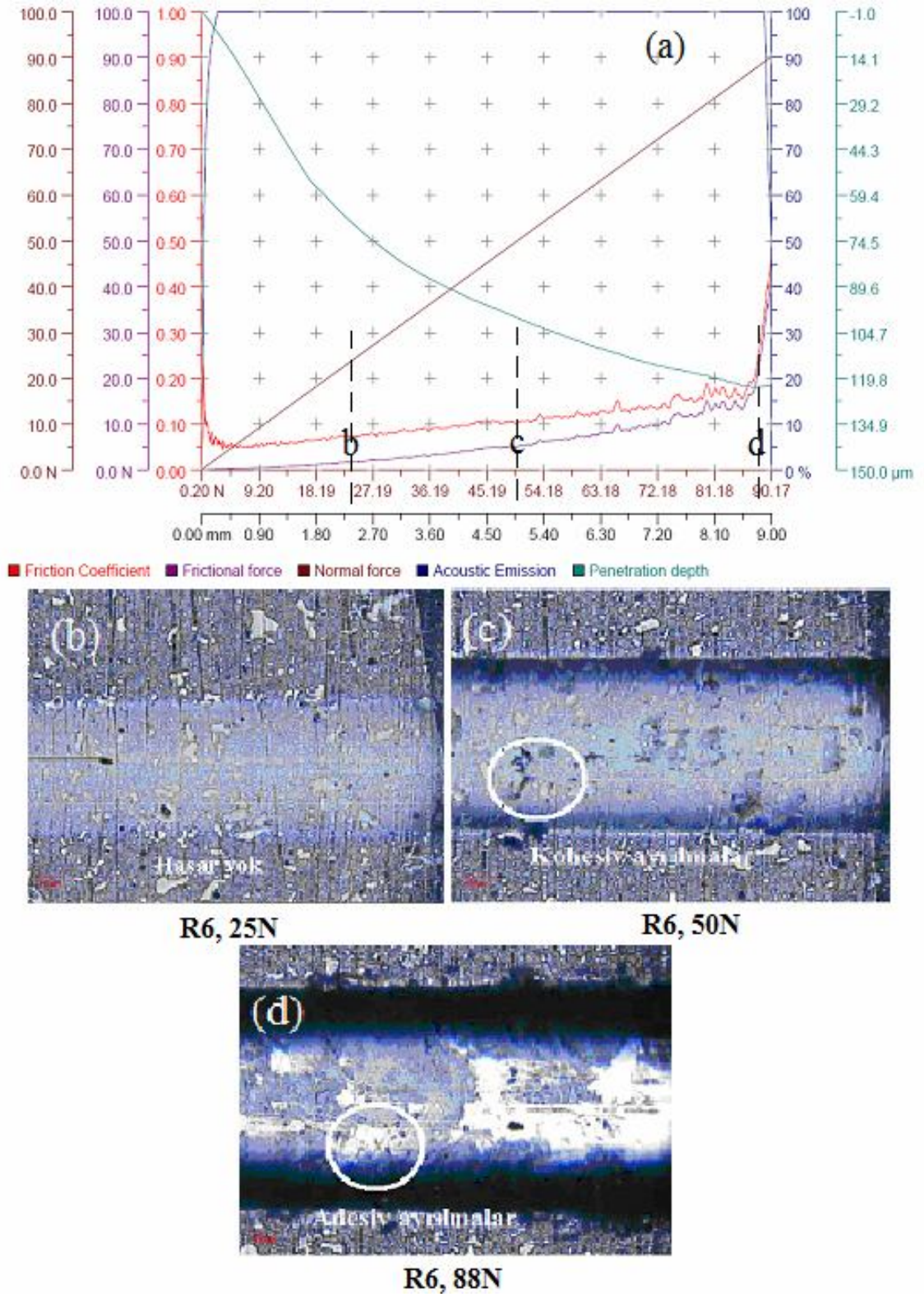
R5, 50N



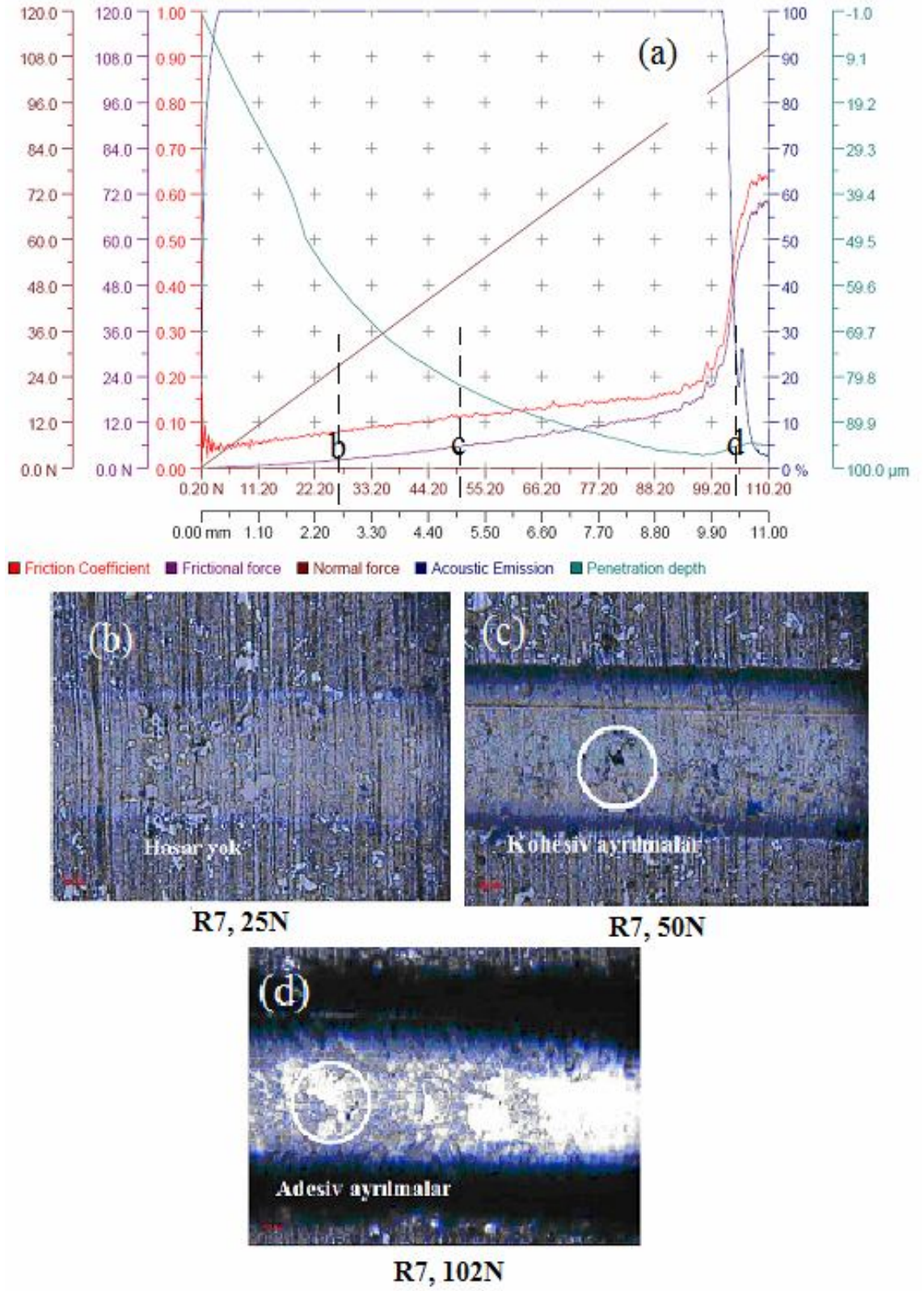
R5, 74

Şekil 4.16. a,b,c ve d. TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R5)

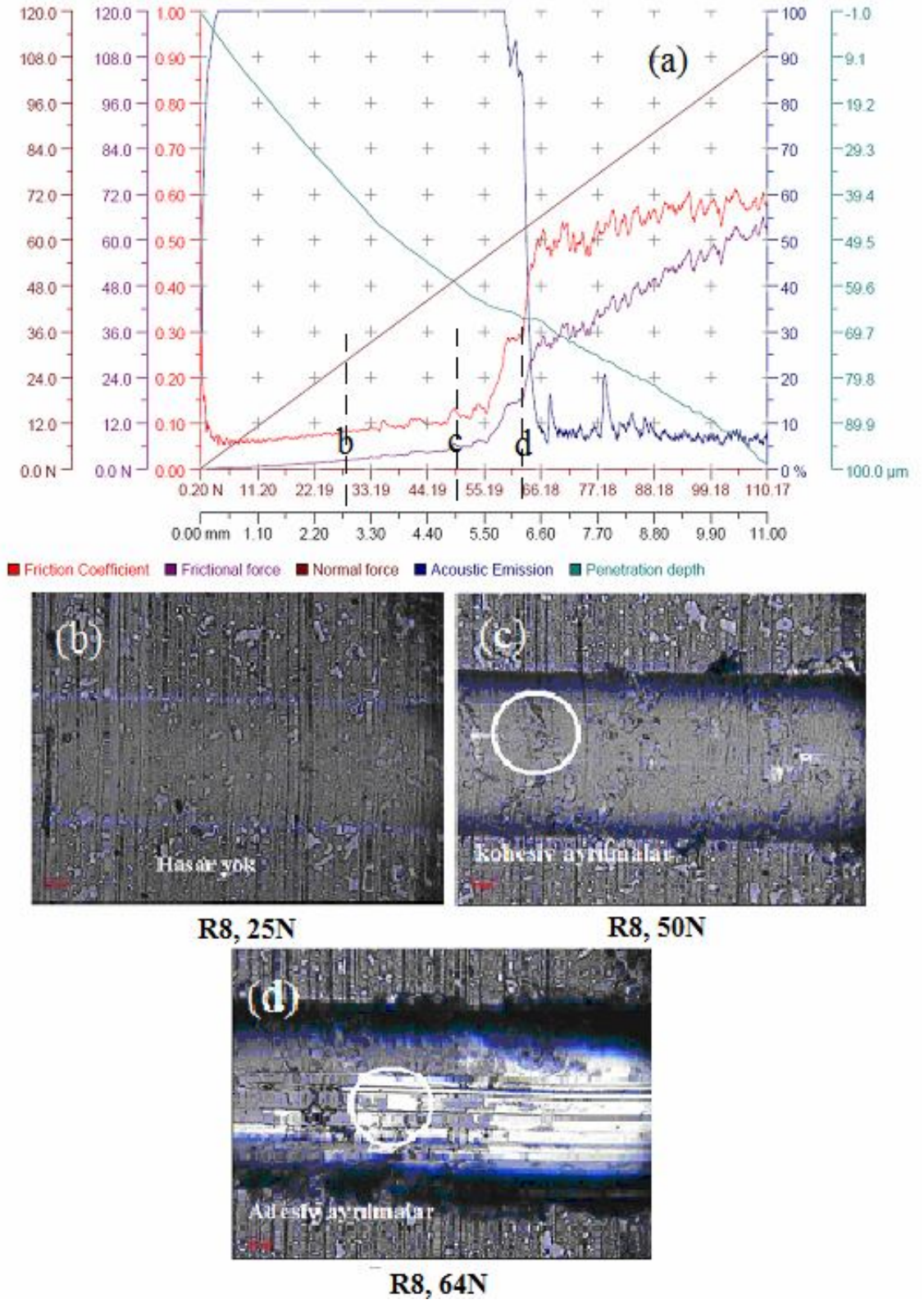




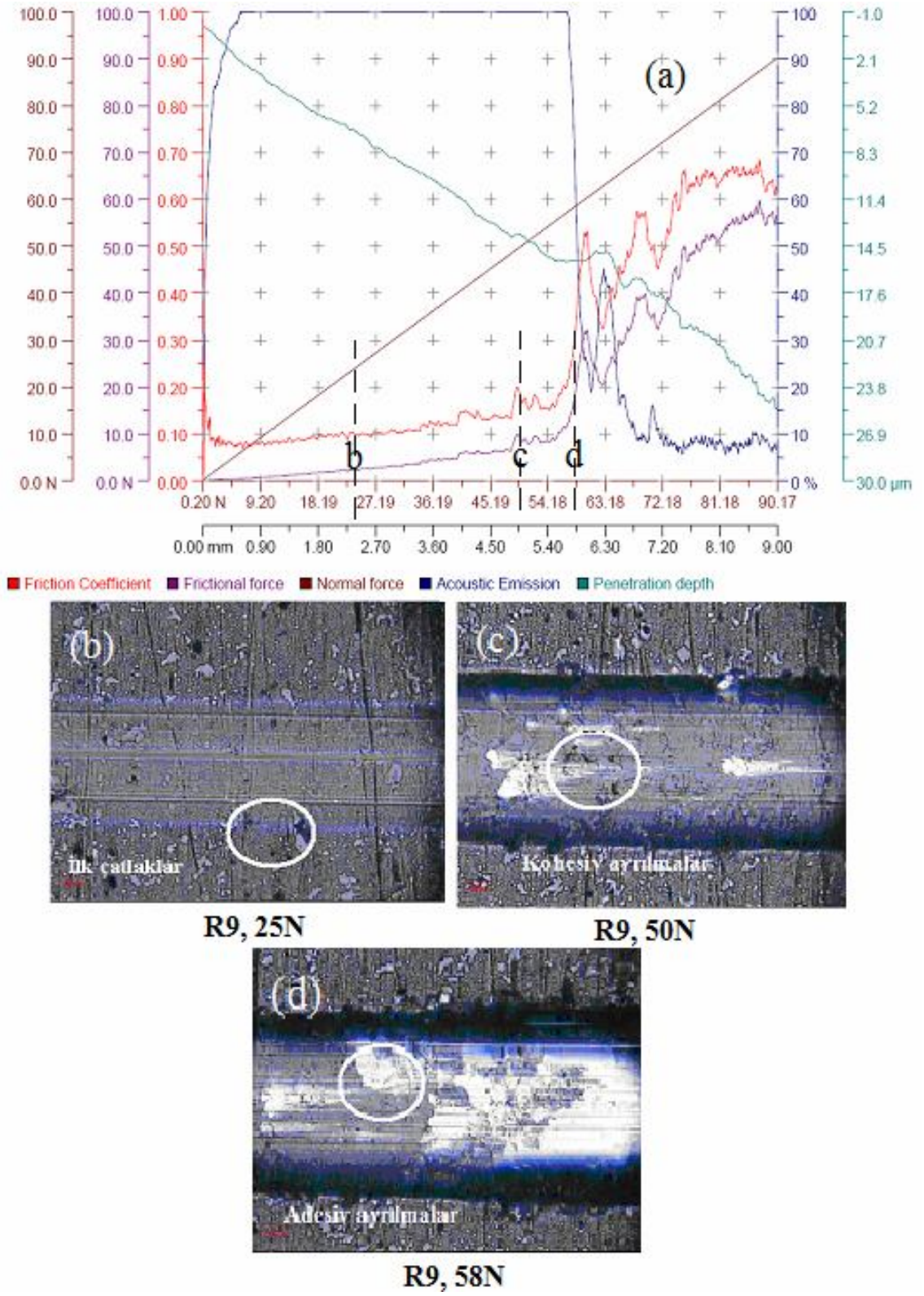
Şekil 4.17. a,b,c ve d. TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R6)



Şekil 4.18. a,b,c ve d. TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R7)



Şekil 4.19. a,b,c ve d. TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R8)



Şekil 4.20. a,b,c ve d. TiBN filmlerin scratch test sonuçları (R9)

## 5. SONUÇ

Kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma yöntemi ile AISI D2 soğuk iş takım çeliği üzerine büyütülen Ti-B-N ince filmlerin yapısal ve mekanik özellikleri üzerine yapılan araştırma sonucu aşağıdaki noktalar tespit edilmiştir.

- ✓ Kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma yöntemi ile büyütülen TiBN filmler SEM altında incelendiğinde, genelde yoğun (dense), kolonlu ve düzgün (smooth) bir yapıya sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bu yapı, beklenildiği gibi, CFUBMS sisteminin kendine tabii özelliğinden kaynaklanmaktadır.
- ✓ Deney parametreleri göz önüne alındığında, N/Ar gaz akış oranı arttığında filmlerin kolonsal yapıdan uzaklaştığı gözlemlenmiştir.
- ✓ TiBN filmlerin ölçülen maksimum kalınlık değeri  $2\mu$  olarak belirlenmiş, en düşük kalınlık değeri ise  $1,1\mu$  olarak ölçülmüştür.
- ✓ Büyütülen TiBN filmlerin kalınlığı deney esnasındaki azot gazı akış oranındaki değişime paralellik göstermektedir. Maksimum film kalınlığı, azot gazı akış oranının yüksek olduğu deneyde, minimum film kalınlığı ise azot gazı akış oranının minimum olduğu deneyde elde edilmiştir.
- ✓ D2 takım çeliği üzerine büyütülen TiBN filmlerden elde edilen en belirgin kristalografik yansıma  $TiB_2$  (101) yansımasıdır. Daha az belirgin olan yansıma ise TiN (200) yansımasıdır Bu yapı sert ve kırılğan bir yapıdır. Yansıma vermeyen amorf yapıdaki B-N matris fazın içinde  $TiB_2$  ve TiN mikro/nano yapıdaki fazların oluştuğu öngörülmüştür.
- ✓ N/Ar gaz akış oranı arttıkça filmlerde oluşan amorf yapıdaki BN fazı arttığından  $TiB_2$  fazında azalma olmuştur.

- ✓ D2 takım çeliği üzerine büyütülen TiBN filmlerin mikrosertliği ve nanosertliği deney esnasındaki azot/argon gaz akış oranına bağlı olarak değiştiği tespit edilmiştir. Elde edilen mikrosertlik ve nanosertlik değerleri birbiri ile uyum göstermektedirler.
- ✓ N/Ar gaz akış oranı arttıkça filmlerin sertliğinin azaldığı tespit edilmiş, elde edilen maksimum mikrosertlik değeri minimum azot gazı akış oranında 1510HV<sub>0,01</sub> olarak ölçülürken, minimum mikrosertlik değeri ise 850HV<sub>0,01</sub> olarak belirlenmiştir.
- ✓ TiBN filmlerden elde edilen maksimum nanosertlik değeri 297 GPa olarak belirlenirken, ulaşılan maksimum elastiklik modülü ise 711 GPa olarak belirlenmiştir.
- ✓ Indentation test sonucu iz kenarlarında en yüksek yükte (500gf) çok az çatlak oluşumu gözlemlendi. Bu sonuç, film ile taban malzeme arasındaki adezyonun çok iyi olduğunu göstermektedir. TiBN filmlerden elde edilen yüksek adezyon değerlerinin taban malzeme üzerine büyütülen Ti ara tabakasına bağlı olduğu düşünülmektedir.
- ✓ Standart scratch test ile sürtünme katsayısındaki artış ve akustik emisyon kombinasyonu kullanılarak belirlenen kırılma için maksimum kritik yük değeri (Lc) 102N olarak belirlenirken, minimum kritik yük (Lc) değeri ise 58N olarak ölçülmüştür.
- ✓ Filmlerin adezyon değerleri, sertliği ve kaplama sırasında uygulanan bias değerleri karşılaştırıldığında, sabit bias değerlerinde, filmlerin sertliği arttıkça adezyonun azaldığı tespit edilmiştir.
- ✓ Kaplama parametrelerinin belirlenmesinde Taguchi yöntemi kullanılmış, ancak sonuçlar bu yöntemle göre irdelenmemiştir.

**KAYNAKLAR**

- Aldrich-Smith, G., Jennett, N., Housden, J., 2005. Adhesion of thin coatings—the VAMAS (TWA 22-2) interlaboratory exercise, *Surface & Coatings Technology* (197) 336–344
- Arnell, R.D., 1993. Control of Mechanical and Structural Properties of Coatings Deposited Using Unbalanced Magnetrons. *Surface and Coatings Technology*, (59), 105-109.
- Arnell, R.D, and Kelly, P.J., 1999. Recent advances in magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology*, 112, 170-176
- Baran, Ö., 2007. Kapalı alan dengelenmemiş magnetron sıçratma (cfubms) yöntemi ile büyütülmüş MoS<sub>2</sub>-Nb kompozit filmlerin farklı ortamlarda tribolojik özelliklerinin araştırılması. Y. Lisans Tezi. Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum
- Berger, M., 2001. Development and Tribological Characterisation of Magnetron Sputtered TiB<sub>2</sub> and Cr/CrN Coatings.Ph D.Thesis, Department of Materials Science, The Ångström Laboratory,Uppsala University, Sweden
- Bhushan, B., and Gupta, K.B., 1991. *Handbook of Tribology: materials, coatings and surface treatments*, USA, 1140
- Bull, S.J., Berasetegui, E.G., 2006. *Tribology International* (39) 99–114
- Bunshah, R.F., 1980. High Rate Physical Vapor Deposition Processes, *Materials Coating Techniques*, (106) 21-26.
- Bunshah, R.F., 1994. *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings: Science, Technology and Applications*
- Bunshah, R.F., 2001. *Handbook of hard coatings, Deposition Technologies, Properties and Applications*, University of California, Los Angeles Los Angeles, California, Noyes publications
- Bülbül, F., 2006. Darbeli d-c manyetik alanda sıçratma yöntemi ile kaplanan TiB<sub>2</sub> ve Me-DLC filmlerin mekanik, yapısal ve tribolojik özelliklerinin araştırılması. Doktora tezi. Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum,
- Chaleix, L., Machet, J., 1997. Study of the composition and of the mechanical properties of TiBN films obtained by d.c. magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, (91) 74-82
- Chu, K., Shen, Y.G., 2008. Mechanical and tribological properties of nanostructured TiN/TiBN multilayer films, *Wear* (265) 516–524
- Federnv, S.B. Alekseev. I.M. Gonchai-enko, N.N.K oval', E.I. Lipatov. V.M. Orlovskii, V.F. Tarasenko. M.A. 2003. Shdepov, High Current Electronics Instiltzte, 4 Academicheskii Ave., Tomsk, 634055, Russia
- Gemelli, E., Scariot, A., Camargo, N H A., 2006. Thermal Characterization of Commercially Pure Titanium for Dental Applications. *Materials Research*, Vol. 10, No. 3, (241-246)
- Garcia-Luis, A., Brizuela, M., Onate, J.I., Sanchez-Lopez, J.C., Martinez-Martinez, D., Lopez-Cartez, C., Fernandez, A., 2005. Mechanical properties of nanocrystalline Ti-B-(N) coatings produced by DC magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology*, 200,1-4, 734-738

- Héau, C., Guillon, N., Fillit, R.Y., and Machet, J., 1997. Ultra-hard Ti-B-N coatings obtained by magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology*, 97, 60-65
- Héau, C. and Terrat, J. P. 1998. Ultrahard Ti-B-N coatings obtained by reactive magnetron sputtering of a Ti-B target, *Surface and Coatings Technology*, 108 109, 1-3, 332-339
- Heinke, W, Leyland A, Matthews A, Berg G, Friedrich C, Broszeit E. Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests. *Thin Solid Films*. 1995; 270:431-438.
- Holmberg, K., Matthews, A., 1994. *Coating Tribology*, Elsevier Tribology Series, (11), 172-189.
- Karner, H., Laimer, J., and Störi, H., 1989. Preparation of TiB<sub>2</sub> and TiB<sub>x</sub>N<sub>y</sub> coatings by PACVD, *Surface and Coatings Technology*, 39/40, 293-300
- Kelly, P.J., 1994. *The Theory and Applications of Unbalanced Magnetron Sputtering*.
- Kelly, P.J., Arnell, R.D., Ahmed, W., 1993. Some Recent Applications of Materials Deposited by Unbalanced Magnetron Sputtering. *Surface Engineering*, 9 (4), (287-291).
- Kunc, F., Musil, J., Mayrhofer, P.H., and Mitterer, C., 2003. Low-stress superhard Ti-B films prepared by magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology*, 174 175, 744-753
- Lu, Y.H., Shen, Y.G., Wang, J.P., Zhou, Z.F., Li, K.Y., 2007. Structure and hardness of unbalanced magnetron sputtered TiB<sub>x</sub>N<sub>y</sub> thin films deposited at 500 °C, *Surface & Coatings Technology* (201) 7368–7374
- Marot, G., Lesage, J., Démarécaux, Ph., M. Hadad, M., Siegmann, St., Staia, M.H., 2006. Interfacial indentation and shear tests to determine the adhesion of thermal spray coatings, *Surface & Coatings Technology* (201) 2080–2085
- Mattox, D.M, 1998. *Handbook of physical Vapor Deposition (PVD) Processing: Film formation, Adhesion, Surface preparation and contamination control*.
- Mayrhofer, P.H., Stoiber, M., 2007. Thermal stability of superhard Ti-B-N coatings. *Surface & Coatings Technology* (201) 6148–6153
- Mayrhofer, P.H., Willmann, H., Mitterer, C., 2003. Recrystallization and grain growth of nanocomposite Ti-B-N coatings, *Thin Solid Films*, 440, 174-179
- Mitterer, C., Holler, F., Üstel, F., and Heim, D., 2000. Application of hard coatings in aluminum die casting-soldering, erosion and thermal fatigue behaviour, *Surface and Coatings Technology*, 125, 233-239.
- Monaghan, D., Arnell, R. D., 1992. Novel PVD Films by Unbalanced Magnetron Sputtering, *Vacuum*, (43), 77-81.
- Moore, T. M. "Reliable Delamination Detection by Polarity Analysis of Reflected Acoustic Pulses," *Proc. Int. Symp. Testing and Failure Analysis*, 1991, pp. 49-54.
- Musil, J., 1998, Low-Pressure Magnetron Sputtering. *Vacuum*, (50), 363-372
- Musil, j., Kadlec, S., Vyskocil, S., and Poulek, V., 1989. Reactive deposition of hard coatings, *Surface and Coatings Technology*, 39/40, 301-314
- Ollendorf, H., Schneider D., 1998. A comparative study of adhesion test methods for hard coatings. *Surface and Coatings Technology* (113) 86–102
- Podgornik, B., Hogmarka, S., Sandberg, O., Leskovsekü, V., 2003. Wear resistance and anti-sticking properties of duplex treated forming tool steel, *Wear*, 254, 1113 1121
- Powell, C.F., Oxley, J.H., Blocher, Jr., J.M., 1966. *Vapor Deposition*, (113), 266-269



- Richter, J., 2003. Application of Vickers indentation for assessment of PVD TiN coated new nonledeburitic high-speed steels, *Surface and Coatings Technology* (162) 119–130
- Rother, B., Ebersbach, G., Gabriel, H.M., 1999. Substrate-rotation Systems and Productivity of Industrial PVD Processes. *Surface and Coatings Technology*, (116), 694-698.
- Shtansky, D.V., Sheveiko, A.N., Pertzshik, M.I., Kiryukhantsev-Korneev, F.V., Levashov, E.A., Leyland, A., Yerokhin, A.Y., Matthews, A., 2005. Hard tribological Ti-B-N, Ti-Cr-B-N, Ti-Si-B-N and Ti-Al-Si-B-N coatings, *Surface and Coatings Technology*, 200, 1-4, 208-212
- Son, M.J., Kang, S.S., Lee, E.A., Kim, K.H., 2002. Properties of TiBN coating on the tool steels by PECVD and its applications, *Journal of Materials Processing Technology* (130–131) 266–271
- Stachowiak, G.W.S, Batchelor, A.W., 1993. *Engineering tribology*, Chapter I, 2-10.
- Stoiber, M., Panzenbock, M., Mitterer, C., and Lugmair, C., 2001. Fatigue properties of Ti-based hard coatings deposited onto tool steels, *Surface and Coatings Technology*, 142-144, 117-124
- Teer US Patent, 1991. Teer Coatings Ltd, 290 Hartlebury Trading Estate, Hartlebury, Worcestershire DY10 4JB, UK
- Tjong, S.C., Chen, H., 2004. Nanocrystalline materials and coatings, *Materials Science and Engineering*, (R 45). 1-88
- Vancoille, E., 1993. *A Material Oriented Approach to The Wear Testing of Titanium Nitride Based Coatings for Cutting Tools*. Katholieke University Press, (5-117), Leuven.
- Valli, J., 1986. A review of adhesion test methods for thin hard coatings. Technical Research Centre of Finland, Metal Laboratory, Metallimiehenkuja 6, SF-02150 Espoo, Finland
- Wiedemann, R., Weihnacht, V., Oettel, H., 1999. Structure and mechanical properties of amorphous Ti-B-N coatings. *Surface and Coatings Technology* (116 - 119) 302–309
- Window, B., Savvides, N., 1986. *J. Vac. Sci. Technol.* A.4 (2), 453-456
- Wong, M.S., Lee, Y.C., 1999. Deposition and characterization of Ti-B-N monolithic and multilayer coatings, *Surface and Coatings Technology* (120–121) 194–199
- Zhang, S., Sun, D., Fu, Y., Du, H., 2005. Toughness measurement of thin films: a critical review, *Surface & Coatings Technology* (198) 74– 84

## ÖZGEÇMİŞ

1981 yılında Erzurum'un Olur ilçesinde doğdu. İlk ve orta öğretimin Rize'de tamamladı. Lise eğitimini Erzurum İmam Hatip Lisesinde 1999 yılında tamamladı. 2000 yılında Atatürk Üniversitesi Kimya Bölümü kazandı ancak yarıda bıraktı. 2002 yılında Erciyes Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünü kazandı. 2004 yılında Atatürk Üniversitesi Makine Mühendisliği bölümüne yatay geçiş yaptı ve 2007 yılında bu bölümden mezun oldu. Aynı yıl Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim dalı, İmalat ve Konstrüksiyon bilim dalında yüksek lisans öğrenimine başladı.

2009 yılı itibariyle Erzurum Defterdarlığı Milli Emlak Müdürlüğünde Makine Mühendisi olarak görev yapmaktadır.