



**TiSiN KAPLAMALARIN ÜRETİLMESİ, MEKANİK
VE AŞINMA ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

Yunus Emre ACAR

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

2022

Her hakkı saklıdır.



**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**TİSİN KAPLAMALARIN ÜRETİLMESİ, MEKANİK VE AŞINMA
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

Yunus Emre ACAR

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Hikmet ÇİÇEK

Anabilim Dalı: Makine Mühendisliği

Erzurum

2022

Her hakkı saklıdır

ETİK KURALLARA UYGUNLUK BEYANI

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

03 / 11 / 2022

Yunus Emre ACAR

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

TiSiN KAPLAMALARIN ÜRETİLMESİ, MEKANİK VE AŞINMA ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Yunus Emre ACAR

Erzurum Teknik Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Hikmet ÇİÇEK

Endüstriyel bir yüzey kaplama yöntemi olarak bilinen fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemi metalik malzemelerin mekanik ve tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesinde tercih edilen bir kaplama tekniğidir. Bu tez kapsamında PVD tekniği ile TiSiN filminin silisyum (Si) miktarı artırılarak Al2024 ve 52100 çelik taban malzemeler üzerine büyütülen kaplamanın yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri araştırılmıştır. Bu çalışmanın amacı Si miktarı (Si: %10-14-20) değiştirilerek düşük sürtünme katsayısı, yüksek sertlik ve yüksek aşınma direnci elde etmektir. Büyütülen TiSiN ince filmlerin yapısal özellikleri XRD ve SEM, mekanik özellikleri Vickers mikro sertlik ve tribolojik özellikleri ise atmosfer ortamında Pin-on-disc aşınma test analiz cihazlarıyla tespit edilmiştir. XRD analizleri sonucu Si değeri arttıkça pik yoğunluklarında bir miktar azalma ve kristal yapıdan amorf yapıya doğru geçiş gözlemlenmiştir. En düşük sürtünme katsayısı 1 N yük altında Al2024 Si:%10'da 0,52 olarak belirlenmiştir. Ayrıca en yüksek sertlik değeri 52100 çelik üzerine büyütülen TiSiN Si:%20'de 618 HV_{0,1} ve en yüksek film kalınlığı 2,05 µm olarak Si:%20 ile büyütülen TiSiN filmde tespit edilmiştir. Si miktarının film yapısında artmasıyla mekanik ve tribolojik özelliklerinde belirgin değişiklikler olduğu gözlemlenmiştir.

2022, 50 sayfa

Anahtar Kelimeler: PVD, TiSiN, Kaplama, Aşınma

ABSTRACT

MS. Thesis

DEPOSITION OF TiSiN COATINGS, INVESTIGATION OF MECHANICAL AND WEAR PROPERTIES

Yunus Emre ACAR

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

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Hikmet ÇİÇEK

Physical vapor deposition (PVD) method, known as an industrial surface coating method, is a preferred coating technique for improving the mechanical and tribological properties of metallic materials. Within the scope of this thesis, the structural, mechanical and tribological properties of the coating grown on Al2024 and 52100 steel substrates by increasing the silicon (Si) amount in the TiSiN film with the PVD technique were investigated. The aim of this study was to obtain low friction coefficient, high hardness and high wear resistance by changing Si amount (Si: % 10-14-20). Structural properties of the grown TiSiN thin films were determined by XRD and SEM, mechanical properties were determined by Vickers microhardness and tribological properties were determined by Pin-on-disc wear test devices in atmospheric environment. As the Si value increased as a result of XRD analysis, a slight decrease in peak intensities and a transition from crystalline structure to amorphous structure were observed. The lowest coefficient of friction was determined as 0.52 at Al2024 Si:%10 under 1 N load. In addition, the highest hardness value was determined as 618 HV0,1 in TiSiN Si:%20 grown on 52100 steel, and the highest film thickness was 2.05 μm in TiSiN film grown with Si:%20. It was observed that there were significant changes in the mechanical and tribological properties with the increase of the Si amount in the film structure.

2022, 50 page

Keywords: PVD, TiSiN, Coating, Wear

TEŐEKKÜR

Yüksek lisans tezimin her aşamasında bana yardımcı olan ve yol gösteren değerli hocam Sayın Doç. Dr. Hikmet ÇİÇEK'e teşekkürlerimi sunarım.

Beni yetiştiren ve hayatım boyunca bana maddi ve manevi destek olan kıymetli annem Şahgüzel ACAR'a ve değerli babam Yaşaddin ACAR'a şükranlarımı sunarım. Ayrıca destekleri her zaman yanımda olan abim Şerif ACAR'a ve ablam Dilek ACAR'a teşekkür ederim.

Yunus Emre ACAR
Kasım 2022

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ	vii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ	6
2.1. Fiziksel Buhar Kaplama (PVD).....	6
2.1.1. Sıçratma İle kaplama.....	8
2.2. Ti Esaslı Kaplamalar.....	10
3. MATERYAL ve YÖNTEM	15
3.1. Materyal.....	15
3.2. Kaplama Prosesleri.....	15
3.3. Yapısal Özelliklerin Analizleri.....	17
3.3.1. X-Ray difraktometre (XRD) analizleri.....	17
3.3.2. Taramalı elektron mikroskopunda yüzey ve kimyasal kompozisyon analizleri... 18	18
3.4. Mekanik ve Tribolojik Özelliklerin Analizleri.....	19
3.4.1. Mikro sertlik.....	19
3.4.2. Aşınma testi.....	19
3.4.3. 3D Profilometre analizleri.....	20
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	22
4.1. Yapısal Özellikler.....	22
4.2. Kimyasal Kompozisyon Analizleri (EDS).....	30
4.3. Mekanik Özellikler.....	31
4.4. Tribolojik Özellikler.....	33
5. SONUÇ ve ÖNERİLER	46
KAYNAKLAR	48

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler Açıklama

°	Derece
<i>dk</i>	dakika
<i>g</i>	Yerçekimi ivmesi
<i>m</i>	Metre
<i>P</i>	Basınç

Kisaltmalar

CoF	Sürtünme Katsayısı
DC	Doğru Akım
EDS	Enerji Dispersiv Spektrumu
HV	Vickers Sertlik Değeri
PVD	Fiziksel Buhar Kaplama
Ra	Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü
RF	Radio Frekansı
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	X-Ray Difraktometre
V	Gerilim birimi, Volt
W	Watt

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Yüzey kaplama yöntemleri	2
Şekil 2.1. Sıçratma ile kaplama yöntemi	6
Şekil 2.2. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemleri.....	8
Şekil 2.3. Sıçratma mekanizması	9
Şekil 2.4. Sıçratma ile kaplama yöntemi	9
Şekil 3.1. Zımpara cihazı	16
Şekil 3.2. Sıçratma cihazı	17
Şekil 3.3. XRD cihazı	18
Şekil 3.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	18
Şekil 3.5. Mikro sertlik cihazı.....	19
Şekil 3.6. Bruker-UMT (Bruker universal mechanical tester) aşınma cihazı.....	20
Şekil 3.7. 3D profilometre (Bruker Contour GT)	21
Şekil 4.1. Magnetron sıçratma yöntemi ile kaplama yapılan TiSiN filmler numuneler ...	22
Şekil 4.2. 52100 çelik üzerine büyütülen TiSiN filmin XRD grafiği	23
Şekil 4.3. Al ₂ O ₃ üzerine büyütülen TiSiN filmin XRD grafiği.....	25
Şekil 4.4. TiSiN A1, A2, A3 filmlerin yüzey pürüzlülüğü 3D profilometre görüntüsü .	27
Şekil 4.5. TiSiN S1, S2, S3 filmlerin yüzey pürüzlülüğü 3D profilometre görüntüsü ...	28
Şekil 4.6. TiSiN (Si: %10,76-14,10-20,03) filminin yüzey ve kesit görüntüleri.....	29
Şekil 4.7. TiSiN (Si: 40-60-75W) ile büyütülen filmlerin EDS değerleri	30
Şekil 4.8. A1, A2, A3 filmlerin sürtünme katsayısı (CoF) grafiği	35
Şekil 4.9. S1, S2, S3 filmlerin sürtünme katsayısı (CoF) grafiği	37
Şekil 4.10. A1, A2, A3 filmlerin sürtünme, aşınma ve sertlik parametrelerinin grafiği.	40
Şekil 4.11. S1, S2, S3 filmlerin sürtünme, aşınma ve sertlik parametrelerinin grafiği...	40
Şekil 4.12. A1, A2, A3 filmlerin iz genişlik SEM ve 3D görüntüleri	43
Şekil 4.13. S1, S2, S3 filmlerin iz genişlik SEM ve 3D görüntüleri	44

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. Taban malzemelerin kimyasal bileşimleri	15
Çizelge 3.2. Kaplamaların kodlanması ve kaplama parametreleri	15
Çizelge 3.3. Aşınma Parametreleri	20
Çizelge 4.1. Yüzey pürüzlülüğü (Ra, μm) değerleri	26
Çizelge 4.2. Ortalama sertlik değerleri	32
Çizelge 4.3. Sürtünme katsayı değerleri	34
Çizelge 4.4. Aşınma değerleri.....	39
Çizelge 4.5. Numunelerin aşınma iz genişlik verileri.....	42



1. GİRİŞ

İnsanođlu yüzyıllardır sürtünme ve aşınma ile ilgili sorunlar ile karşılaşmış ve bunlara yıllarca çözüm aramışlardır. İlk tribolojik olay yaklaşık olarak MÖ 2400'lü yıllarda Mısır'da bir heykelin taşınması sırasında meydana gelmiştir. Bu heykelin taşınması sırasında sürtünmeyi azaltmak için yağlayıcı bir sıvı kullanılmıştır. Kullanılan yağlayıcı sıvı sayesinde 60 ton ağırlığındaki heykeli taşımak için gereken insan sayısı neredeyse yarı yarıya azalmıştır. Tribolojik özellikleri iyileştirmek için birçok yöntem mevcuttur. Bunlardan birisi de yüzey sertleştirme yöntemidir. Yüzey sertleştirme işlemlerine ilk olarak MÖ 1400 yılında rastlanmaktadır.

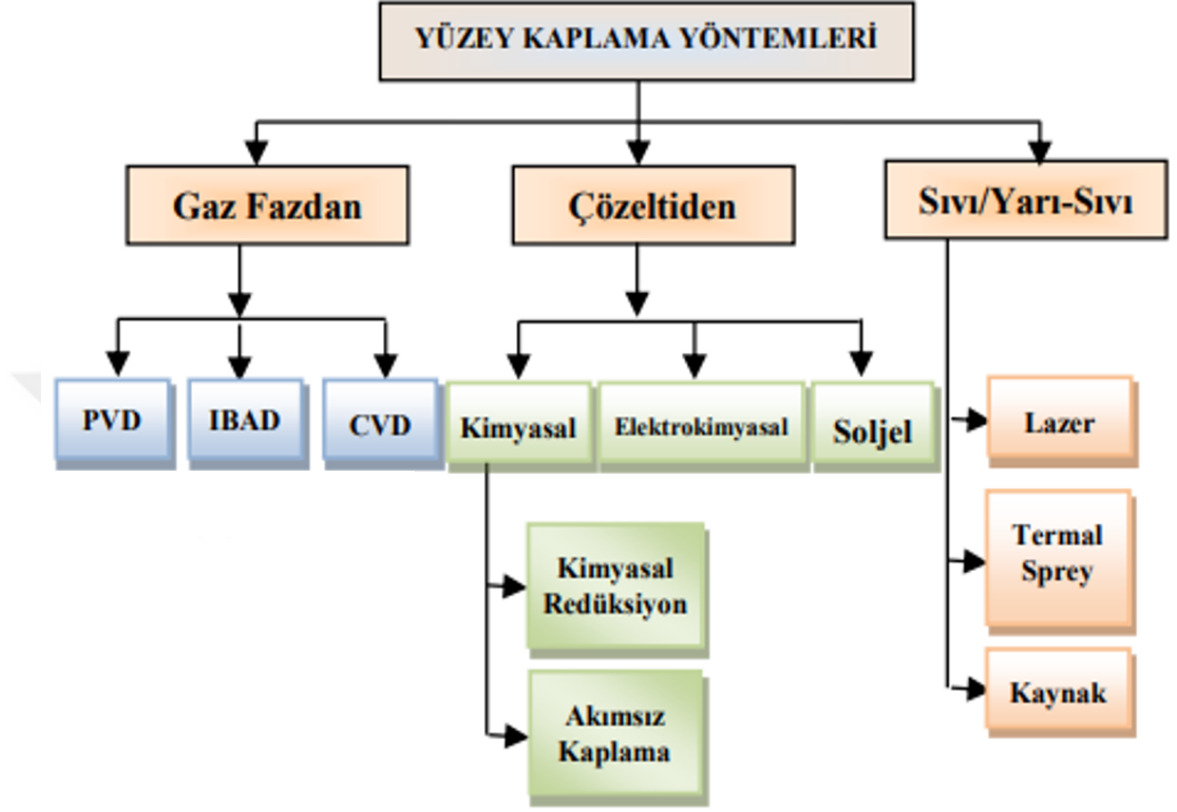
Triboloji ilk kez 1966'da bilim dalları içinde yerini almıştır. Triboloji kelimesinin kökü yunanca da 'tribos' kelimesinden gelmektedir. Endüstriyel dönemde triboloji alanına olan ilgi giderek artmıştır. Bu dönemde artık makine parçalarının birbirleri ile sürtündüğü anlaşılmıştır.

Temas halinde olan en az iki makine elemanın rölatif hareketinden dolayı yüzeylerinde sürtünmeye bađlı olarak aşınma, enerji kaybı ve sıcaklık artışı meydana gelmektedir. Triboloji sürtünme ve aşınma gibi tribolojik olayların araştırmasını yapan bilime denir. Multi disiplinler olarak bilinen triboloji bilimi geleneksel olarak fiziki mekanik, kimya gibi bilimlerin sorunlarının çözümüyle ilişkilidir. Bu açıdan tribolojik temasların anlaşılması kolay değildir (Berger 2001).

Son yıllarda makine elemanları yüzeyine sert ve ince seramik filmler oluşturularak tribolojik ve mekanik özelliklerini iyileştirmek için kaplamalar üzerinde çalışmalar yapılmaktadır. Bu kaplamaların iyileştirilmesindeki asıl amaç, daha iyi tribolojik (aşınma, sürtünme vb.) ve mekanik özellikler elde etmektir. Bu amaçlarla yeni filmlerin geliştirilip, farklı filmler beraber kullanılması, tribolojik ve mekanik özellikleri iyileştirici filmler üzerinde çalışmalar devam etmektedir.

1. GİRİŞ

Yüzey kaplama yöntemleri üç ana grupta incelenir; Gaz fazı, Çözeltiden ve sıvı/yarı-sıvı işlemlerdir. Gaz fazı işlemleri PVD, IBAD, CVD vb. olarak örneklendirilebilir. Şekil 1.1'de yüzey kaplama yöntemleri genel başlıklarıyla gösterilmiştir.



Şekil 1.1. Yüzey kaplama yöntemleri

Çalışmalar sırasında bir makine elemanının sürtünme ve aşınma gibi direkt yüzey ile alakalı hasar mekanizmalarına karşı malzemenin ömrünü ve mukavemetini arttırmak, ancak uygun bir yüzey işlemi veya uygun malzeme seçimi ile mümkün olmaktadır. Yüzeyi kaplanmış veya işlenmiş malzemeler mühendislik tasarımlarında da büyük esneklikler sağlamaktadır (Bhushan and Gupta 1991).

Günümüzde üretilen sert kaplamalar farklı kaplama yöntemleriyle üretilir. Üretilen sert kaplamalar sürtünmesi düşük ve aşınma direncine olan ihtiyacı önemli ölçüde karşılamaktadır. Sert kaplamalar, metal ve alaşımlarından elmasa kadar geniş bir malzeme sınıfını oluşturmaktadır. Özellikle yüksek sertlik, yüksek aşınma direnci, yüksek ergime noktası gibi üstün özellikler sergileyen geçiş metal oksitleri, nitrürleri, borürleri ve karbürleri gibi sert seramik kaplama türleri, herhangi bir bozunma

1. GİRİŞ

göstermeden yüksek hız, yüksek yükleme ve yüksek sıcaklıklara uzun süre dayanabilmekte ve tribolojik elemanların aşınma direncini artırmaktadır. Sert kaplamaların kullanımı, hemen hemen her sanayi kolunda yerini almakta, malzeme ve enerji tasarrufu açısından da büyük katkılar sunmaktadır (Musil et al. 1989; Bhushan and Gupta 1991; Mitterer et al. 2000; Stoiber et al. 2001).

Kaplanmış olan bir malzemenin çalışacağı ortamda mekanik ve tribolojik özellik bakımında başarılı olması için bünyesinde farklı özellikler barındırması gerekmektedir. Özelliklerden birkaçı; kaplanan malzemeye olan adezyonun iyi olması, karşı malzemeye yapışmaya meyilli olmaması, abrazyon aşınmasının iyi olması ve yorulma tokluğunun yüksek olmasıdır. Böyle kaplamalara uygulanan en yaygın yöntemler CVD ve PVD kaplama yöntemleridir. PVC ve CVD yöntemleri ile genellikle ince film kaplama yapılır. PVD yöntemi ile kaplama kalınlıkları 1-5 µm, CVD yöntemi ile yapılan kaplamaların ise 4-20 µm arasında değişiklik göstermektedir. PVD ile kesici takımların üzerine TiCN, (Ti,Al)N ve TiN gibi kaplama yapılmaktadır. Yapılan bu kaplamalara bazen Nb, Cr ve Zr elementleride eklenebilmektedir. CVD yöntemiyle yapılacak kaplamada genellikle Ti(C,N), TiN vb. kaplamalar yapılmaktadır (Berger 2001).

CVD ile PVD arasında bir diğer fark ise kaplamadaki sıcaklık değerleridir. CVD kaplamada sıcaklık 1.000 °C'lere kadar çıkarken PVD'de bu sıcaklıklar 150–450 °C arasındadır. Son zamanlarda CVD'nin bir türü olan MTCVD popülerlik kazanmıştır. MTCVD'nin açılımı '(moderate temperature) orta sıcaklıkta kimyasal buhar kaplama'dır. MTCVD yöntemde kaplama sıcaklığı 700–900 °C arasındadır. PVD ile daha düşük sıcaklıklarda kaplama yapılması malzemelerin termal hasar görmeden kaplanmasını sağlamaktadır. CVD'nin bir diğer avantajı farklı geometri şekilli parçaların düzenli bir şekilde kaplanabilmesidir. Diğer bir avantajı ise, kaplama sıcaklığı yüksek olduğu için (1.000 °C'lerde) termal etki nedeniyle adezyonu yüksektir. PVD yönteminde ise daha çok, görüş alanında olan yüzeyler kaplanmaktadır. PVD yönteminin bir avantajı ise, PVD yöntemi ile kaplanan malzemelerde oluşan kalıntı gerilmelerinin kontrol edilebilmesidir. Örneğin CVD ile kaplanan numunenin yüzeyindeki filmde çeki gerilmesi oluşurken, PVD ile kaplandığında bası gerilmesi oluşturulabilmektedir.

1. GİRİŞ

Fiziksel buhar biriktirme (PVD) ile biriktirilen sert kaplamalar, mekanik özellikler, yüksek oksidasyon direnci ve aşınma direnci gibi kesici takımların özelliklerini geliştirmek için etkili bir yöntemdir. Ayrıca sert kaplamaların uygulanması çevre kirliliğini ve ekonomik maliyetleri azaltılabilir. Bu tür tek tabakalı kaplamaların örnekleri, CrAlN, TiSiN ve diğer nitrürlerdir. CrAlN kaplama, yüksek sıcaklıktaki bir ortamda yoğun bir Al₂O₃ oksit tabakasının oluşması nedeniyle koruyucu bir işleve sahiptir. TiSiN kaplamanın daha yüksek sertliği kaplama yüzeyinin aşınma direncini artırır. Yüksek sertliği, kaplamadaki Si elementi tarafından amorf bir Si₃N₄ fazının oluşumuna atfedilir. Kristalli TiN fazı, amorf Si₃N₄ ile sarılır, böylece tane boyutunu inceltir ve kaplamanın sertliğini iyileştirir. Nitrür kaplamaların aşınma direncinin sıcaklıkla değiştiği bildirilmiştir. CrAlN kaplamaların yüksek sıcaklık tribolojik özelliklerini inceledi. Sürtünme katsayısının ve aşınma hızının, sıcaklık 200 °C'den 400 °C'ye yükseldikçe önce arttığını ve daha sonra azaldığını bulmuşlardır. Zhu ve arkadaşları (2019), yüksek sıcaklıklarda TiSiN kaplamaların tribolojik özelliklerini inceledi. Sıcaklık 200 °C'den 300 °C'ye yükseldiğinde aşınma oranı azalma eğilimi göstermiştir. Bu fenomen, aşınma yolunun yüzeyinde oksitlerin oluşup oluşmadığına bağlıdır. Ek olarak, tek tabakalı kaplamalar, kesici takımlar için koruyucu bir tabaka olarak uygulamalarını kısıtlayan daha yüksek artık gerilim ve daha düşük tokluk dezavantajlarına sahiptir (Li et al. 2021).

Aşınma ve korozyon, genellikle ortopedik implantların (diz veya kalça implantları) performansını ve ömrünü etkileyen iki yaygın yıkıcı fenomendir (Geetha et al. 2009). Bu tip yapay eklemlerde hareket, aşınmaya ve zararlı parçacıkların oluşumuna neden olabilir. Bu zarar verici ürünler, implantların ömrünü yoğun bir şekilde azaltır ve ayrıca sağlık açısından tehlikelere neden olur. Aşınmaya ek olarak, implantların metalik kısımları vücut sıvılarına maruz kaldığında oksitlenerek korozyon ürünleri oluştururlar. Bu korozyon ürünleri de aşınma ürünlerine benzer. İmplantların ömrünü kısaltırlar ve insan vücuduna da zararlıdır. Bu sorunun üstesinden gelmenin en uygun yollarından biri, implantların metalik parçalarının yüzeyini TiO₂, elmas benzeri karbon (DLC), gibi çeşitli aşınma ve korozyona dayanıklı kaplamalarla kaplamaktır (Balasubramanian et al. 2012).

1. GİRİŞ

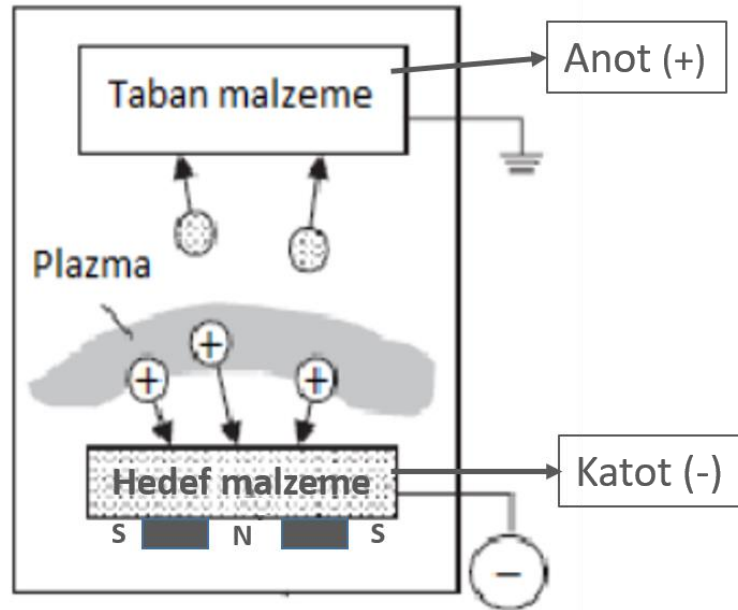
Bu çalışmada 52100 çeliği ve alüminyum 2024 alaşımı üzerine Fiziksel Buhar Kaplama (PVD) yöntemlerinden sıçratma tekniği kullanılarak TiSiN kaplama yapılmıştır. Kaplamada Si hedefine uygulanan güç değerleri artırılarak (40W, 60W, 75W) mekanik ve aşınma özelliklerine olan etkisi araştırılmıştır. TiSiN kaplama filmlerinde beklenenin gevrek olmaması, sürtünmesi düşük, kusur miktarlarının da minimum düzeyde olması ve yüksek sertlikte bir film yapısı sunmasıdır. Bu çalışmada, filmlerin mikro yapısı ve kalınlıkları taramalı elektron mikroskopu (SEM), mekanik özellikleri Mikro sertlik cihazı ve aşınma özellikleri ise pin-on-disk aşınma testleri ile kimyasal kompozisyon analizleri (EDS) ve filmlerin kristal yapısının incelenmesi için X ışını kırınım ölçer (XRD) cihazı kullanılarak tespit edilmiştir. Elde edilen veriler Si artış oranına göre değerlendirilmiştir.



2. KAYNAK ÖZETLERİ

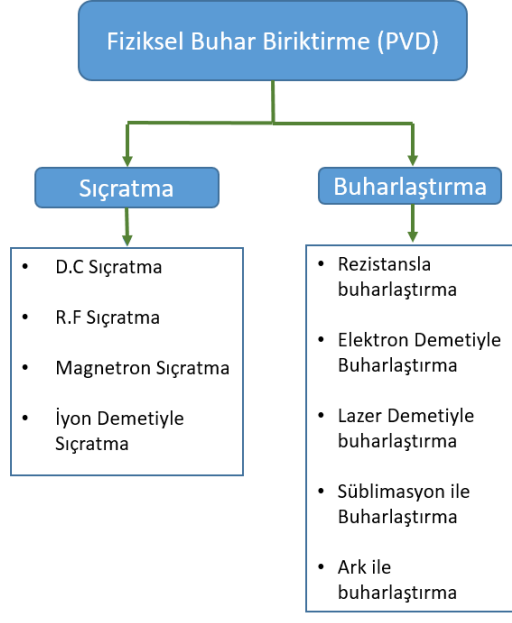
2.1. Fiziksel Buhar Kaplama (PVD)

Sıçratma, bir momentum transferi temelinde yaygın olarak kullanılan bir vakumlu plazma kaplama işlemidir. Bu işlemde katı malzeme pozitif iyonlarla bombardıman edilerek, atomlar yüzeyden kopartılır. Kaplanacak olan malzeme, hızlandırılmış iyonlar gibi enerjik parçacıklarla bombardıman edildiğinde, hedeften saçılan atomlar taban malzeme yüzeyinde film tabakası oluşturur. Şekil 2.1’de magnetron püskürtme sisteminin basitleştirilmiş bir şematik diyagramını göstermektedir. Yüksek enerjili bombardıman parçacıkları, pozitif iyonlardır. Hedef (katot) ve taban malzeme (anot) arasında bir potansiyel uygulanarak vakum odasında bir plazma ortamı oluşturulur. Sıçratma işleminin biriktirme hızını artırmak için, elektronları ve plazmanın yüklü parçacıklarını hedefin yüzeyine yakın bir yerde tutmak için hedefin altına güçlü mıknatıslar yerleştirilir. Plazmayı hedefin yakınında sınırlamak, magnetron püskürtme işleminin plazma yoğunluğunu ve biriktirme hızını artırmaya yardımcı olur. Magnetron püskürtmenin yaygın kullanımı, düşük maliyetine, yüksek biriktirme oranlarına, adımların ve küçük özelliklerin mükemmel kapsamına, ısıya duyarlı alt tabakaları kaplama kabiliyetine ve benzerlerine dayanmaktadır.



Şekil 2.1. Sıçratma ile kaplama yöntemi

Magnetron, hedef ve katodu barındıran ve yüklü plazma parçacıklarını püskürtme hedefinin yüzeyine yakın bir yerde tutmak için güçlü elektrik ve manyetik alanlar kullanan bir plazma kaynağı görevi görür. Manyetik ve elektrik alanların varlığında, elektronlar manyetik alan çizgileri etrafında sarmal yollar izleyerek hedef yüzeye yakın gaz halindeki nötrlerle daha fazla iyonlaştırıcı çarpışmalara maruz kalırlar. Plazma tarafından üretilen Ar⁺ iyonları, Şekil 2.1'de gösterildiği gibi negatif eğimli hedefe doğru hızlandırılır. Pozitif argon iyonunun kinetik enerjisine bağlı olarak hedefi bombalayabilir ve hedef yüzeyden yansıyabilir, hedef yüzeyden hedef atomları/molekülleri nakavt edebilir veya hedef malzemeye nüfuz edebilir. Ayrıca, enerjik iyonların hedef yüzeylerle etkileşimi, ikincil elektronlar, nötrler, fotonlar, x-ışını ve atomların alt tabakaya implantasyonu gibi çeşitli parçacıklar oluşturacaktır. Yayılan ikincil elektron, plazma deşarjının korunmasına yardımcı olur. Püskürtülen parçacıkların tipik kinetik enerjisi, 1 - 10 eV'nin 7'si mertebesindedir. Bu kinetik enerji çekirdeklenme ve büyüme süreçlerine yardımcı olabilir, film yoğunluğunu artırabilir, film yapışmasını iyileştirebilir ve film dokusunu kolaylaştırabilir. Reaktif püskürtmede, püskürtülen parçacıklarla reaksiyona girebilen ve hedef ve reaktif gaz elementinin bir bileşiği olarak altlık üzerinde çökelebilen bir reaktif gaz kullanılır. Hedef malzeme ile reaktif gaz arasındaki reaksiyonların çoğunun ya substratta ya da hedef yüzeyde meydana geldiğine inanılmaktadır. Bileşik oluşumunun enerjisi veya parçacıkların kinetik enerjisi kolayca dağılamadığı için gaz fazında meydana gelen reaktif sürecin olası olmadığına inanılır, bu da gaz fazında oluşa bile bileşiğin kendiliğinden ayrışmasına neden olur (Sarkar 2010).



Şekil 2.2. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemleri

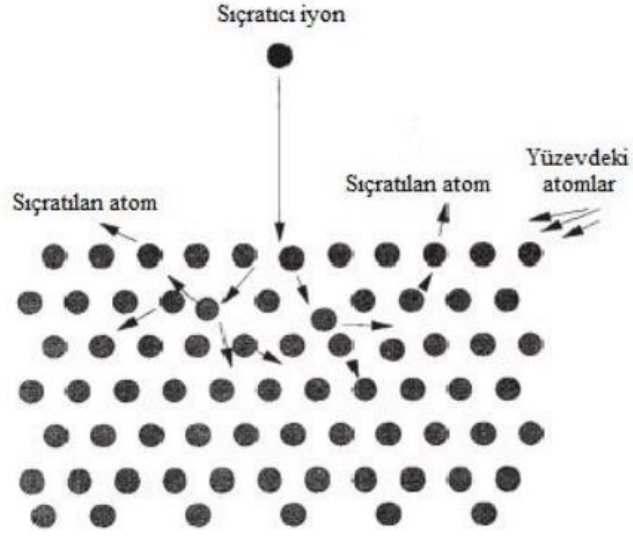
Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemleri çoğunlukla sıçratma ve buharlaştırma olmak üzere alt başlıklardan oluşmaktadır. Şekil 2.2’ de gösterilen şemada;

Sıçratma başlığı altında D.C sıçratma, R.F sıçratma, Magnetron sıçratma ve iyon demetiyle sıçratma yöntemleri bulunurken,

Buharlaştırma başlığı altında rezistansla buharlaştırma, elektron demetiyle buharlaştırma, lazer demetiyle buharlaştırma, süblimasyon ile buharlaştırma ve ark ile buharlaştırma yöntemleri bulunmaktadır.

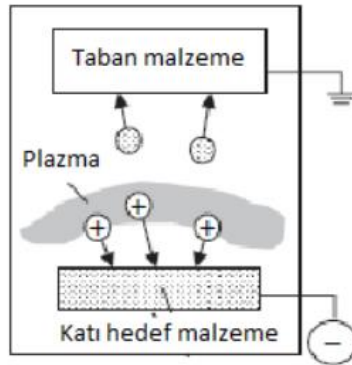
2.1.1. Sıçratma ile kaplama

Sıçratma ile kaplamada hedef malzeme pozitif iyonlar ile bombardımana tutularak yüzenden atom kopartır. Momentum transferine dayanır. Kopartılan atomlar taban malzeme yüzeyine giderek yapışır ve film tabakası oluştururlar.



Şekil 2.3. Sıçratma mekanizması (Seshan 2002)

PVD sıçratma, vakum ortamında sıçratma enerji yüklü partiküller yoluyla hedef yüzeyinden iyon koparma işlemidir.



Şekil 2.4. Sıçratma ile kaplama yöntemi

Hedef malzeme ile taban malzeme birbirine paralel bir şekilde bulunurlar. Taban malzeme ve hedef malzeme duruma göre sıcaklık verilir ya da soğuk tutulabilir. Genelde basınç 10^{-3} - 10^{-2} mbar aralığındadır. Hedef malzemeye 2-3 kV'lık enerji uygulanarak ortaya çıkan plazma pozitif iyonları hedefe çarparak atom koparılır. Bu duruma sıçratma denmektedir. Sıçratma sonrasında kopan atomlar taban malzeme yüzeyine yapışarak ince filmler oluştururlar (Arnell and Kelly 1999). Sıçratma işleminde diğer malzemelerle reaksiyona girmemek için inert gaz kullanılır. En yaygın kullanılan pozitif yüklü olarak argon gazı kullanılır (Bunshah and Juntz 1972).

2.2. Ti Esaslı Kaplamalar

Yuan ve arkadaşları (2017), TiSiN temelli kaplamalara Al ve/veya Cr element ilavesi ile kaplamanın mikroyapısı, tribolojik özelliklerinde meydana gelen 60 değişiklikleri incelediği çalışmasında, kaplamalar için hibrid PVD kaplama yöntemi (Hollow Cathode Discharge (HCD) ve magnetron sıçratma (MS)) kullanmıştır. TiSiN temelli kaplamaların hem yüzey merkezli kübik-TiN kristali benzeri ve nanokompozit yapıda olduğunu belirtmiştir. Al ve/veya Cr ilavesi ile TiSiN kaplamaların (200) ‘den (111) ‘e yöneldiği ve kesit alan mikroyapıları kompakt düzenden TiCrSiN, TiAlSiN ve TiCrAlSiN ‘ın sütunsal yapısına geçtiğini tespit etmiştir. Ayrıca, TiSiN kaplamanın film sertliğinde artışa neden olduğu ve sürtünme katsayısını azalttığını belirtmiştir. Hem TiAlSiN hem de TiCrAlSiN kaplamaların takım çeliği üzerinde TiSiN hem de TiCrSiN kaplamalara oranla sahip oldukları yüksek sertlik, yüksek tokluk, düşük sürtünme katsayısı özellikleri ile daha uzun süre dayanabildiğini, yüzeylerinde meydana gelen pullanmanın kolayca sıyrılması ile kaplama kabuğunda meydana gelebilecek adhezif aşınma etkisini azalttığını, böylece takım çeliğinin servis ömrünü artırdığını bildirmiştir (Yuan et al. 2017).

TiN ve TiC gibi Ti bazlı ikili kaplamalar, iyi mekanik özelliklerinden dolayı implantların metalik parçalarının tribolojik özelliklerini geliştirmek için kullanılabilir. Ancak nispeten zayıf korozyon direnci, bu sert kaplamaların insan vücudu gibi aşındırıcı ortamlarda kullanımını kısıtlamaktadır. İkili sert kaplamaların korozyon direncini artırmak için etkili ve düşük maliyetli bir yöntem, bileşimlerine C, B, Al ve Si gibi bazı elementlerin eklenmesidir. Üçlü sert kaplamalar arasında, son derece yüksek sertliği ve kırılma tokluğu nedeniyle TiSiN kaplama(dolayısıyla iyi aşınma direnci) ve ayrıca daha yüksek korozyon ve oksidasyon direnci (nanokompozit mikro yapı nedeniyle) son yıllarda bazı çalışmalara konu olmuştur.

Ti bazlı kaplamaları ve özellikle TiSiN kaplamayı sentezlemek için geleneksel işlemler, kimyasal buhar biriktirme (CVD) termal CVD, atmosferik basınç CVD (APCVD) ve plazma ile güçlendirilmiş veya plazma destekli CVD (PE veya PACVD) yöntemleri ve ayrıca fiziksel buhar biriktirme (PVD) (magnetron püskürtme ve katodik ark püskürtme) yöntemleri. Bununla birlikte, geleneksel termal CVD'deki yüksek

sıcaklıklar, sistemler, metalik substratlarda faz dönüşümlerine ve mikroyapısal değişikliklere yol açabilir. Sonuç olarak, özellikle biyomedikal uygulamalar olmak üzere hassas uygulamalar için kabul edilemez olan çekme mukavemeti gibi substratın özellikleri değişebilir. Bu sorunun üstesinden gelmek için en uygun yöntem PACVD olabilir. Bu yöntemin önemli bir özelliği, alt tabakaları orta sıcaklıklarda kaplama yeteneğidir. Ayrıca PACVD sistemleri ile çalışmak PVD sistemlerine göre çok daha basittir. PVD yöntemlerin de üniform kaplamalar elde etmek için, alt tabakalar PACVD'deyken döndürülmelidir, buna gerek yoktur. Ayrıca, PACVD tarafından büyütülen kaplamalar, tipik olarak, PVD tarafından üretilen filmlerden daha iyi bir adım kapsamına sahiptir. Bu nedenle, PACVD, karmaşık şekilli mikroelektronik veya biyomedikal cihazların sentezi için ilgi çekici bir süreçtir ve son zamanlarda titanyum ve alaşımlarının mekanik ve elektrokimyasal özelliklerini değiştirmek için de kullanılmıştır.

PACVD yöntemini kullanarak, $TiCl_4$, $SiCl_4$, N_2 ve H_2 ile $TiSiN$ nanokompozit kaplamayı sentezledi. TiN bileşimine küçük bir Si ilavesinin morfolojiyi iyileştirdiğini, anlamlı bir şekilde yoğun ve amorf bir yapı gösterdiğini ve kaplama ile altlık arasında çok daha pürüzsüz ve daha homojen bir ara yüze yol açtığını bulmuşlardır. % 10-15 oranında Si içeren $TiSiN$ kaplamaların yaklaşık 6350 kgf mm^{-2} maksimum sertlik değeri gösterdiğini gözlemlədiler. Aynı yöntemle Zhang ve arkadaşları $TiCl$ kullanarak $TiSiN$ nanokompozit kaplamayı sentezledi, $TiCl_4$, SiH_4 , N_2 ve H_2 , Si_3N_4 'ün amorf bir matrisinde TiN nano-kristallerinden oluşan $TiSiN$ kaplamaların, maksimum 500 GPa elastik modülü ve 800 °C'ye kadar havada oksidasyona direnç gösterdiğini bildirdiler. PECVD yöntemiyle gerçekleştirilen diğer bir çalışmada. Si içeriğinin $TiSiN$ kaplamaların kalitesinde önemli bir rol oynadığını buldu. Yüksek Si içerikli $TiSiN$ kaplamaların, düşük Si içerikli kaplamalardan daha az yoğun olduğunu gözlemlədiler. İri taneli $TiSiN$ kaplamalar, alt tabakalara zayıf yapışmayı, yüksek elektrik direncini ve ayrıca TiN kaplamaya kıyasla daha iyi aşınma direnci özelliklerini temsil etti. Biyomedikal uygulamalar için, PACVD ile $Ti-6Al-4V$ substrat üzerine TiN kaplama uyguladı. TiN kaplı $Ti-6Al-4V$ numunesinin daha yüksek sertlik ve ayrıca kaplanmış tabakanın artan korozyon direnci nedeniyle kaplanmamış alt tabaka ile karşılaştırıldığında daha iyi tribo-korozyon performansı sergilediğini bildirdiler. Ayrıca gözlemleri, iyi biyoyumluluğun TiN kaplamanın safsızlıklarından etkilenmez (Zhang and Veprek 2006).

PACVD sentezlenmiş TiSiN kaplamalar üzerine yapılan çalışmaların çoğu, çok yüksek sertlik değerlerinden sorumlu olan mikroyapısal özellikleri karakterize etmek için yapılmıştır. Bu nedenle, bu kaplamaların tribolojik ve korozyon davranışları hakkında kapsamlı bir çalışma eksikliği halen devam etmektedir. Bu nedenle, bu çalışmanın amacı, çeşitli Si içeriklerine sahip TiSiN kaplamaların, aşınma ve korozyon direncini iyileştirmek için darbeli DC PACVD yöntemiyle Ti-6Al-4V alaşımı üzerine biriktirilmesidir (Movassagh-Alanagh et al. 2017).

Çalışkan ve arkadaşları (2013), soğuk iş takım çeliğinin (58 HRC) frezelemesinde, nano tabaka TiN-AlTiN ve çok tabakalı nanokompozit TiAlSiN-TiAlN -TiSiN kaplamalı karbür kesici takımların aşınma davranışını ve kesme performansına etkisini araştırmışlardır. Bunların performansını ölçmek için testler yapmışlar ve işlem sırasında oluşan talaşları analiz etmişlerdir. Yaptıkları çalışma sonucunda nanotabaka AlTiN-TiN kaplamanın diğerlerinden daha iyi aşınma direnci gösterdiğini ve karbür kesici takımlarla uzun kullanım ömrü sağlayabileceklerini tespit etmişlerdir (Çalışkan et al. 2013).

Darbeli DC plazma destekli kimyasal buhar biriktirme (PACVD) yöntemi ile aşınma ve korozyon direncini artırmak için Ti-6Al-4V biyo-alaşımı üzerine titanyum silisyum nitrür (TiSiN) sert seramik kaplamalar biriktirildi. Sonuçlar, TiSiN kaplamaların amorf SiNx matrisine gömülü içine gömülü TiN nano kristallerinden oluştuğunu gösterdi. Kaplamanın Si içeriğinin ağırlıkça %0'dan %25,1'e arttırılması, kontrollü yüzey reaksiyon fenomeninin ortaya çıkması nedeniyle kalınlığının 4'ten 0,5 µm'ye önemli ölçüde azalmasına yol açar. TiSiN kaplamalar için Si öncüsü olarak SiCl₄'ün kullanılması, TiN kaplamanın 20,8 nm yüzey pürüzlülüğünün 31,4 nm'ye çıkartılmasıyla sonuçlanır. SiCl₄'ün güçlü aşındırma etkisinden dolayı ağırlıkça %25,1 Si içeren TiSiN kaplama için Ağırlıkça %17,2'ye kadar Si ilavesi, sertliği (yaklaşık 1.000 HV_{0.01}) ve ayrıca SiNx amorf matris oluşumu nedeniyle TiSiN kaplamanın aşınma direncini önemli ölçüde artıran TiN tane boyutunu azaltır ve tane büyümesini engelleyici etkisi. Simüle edilmiş vücut sıvısındaki (SBF) elektrokimyasal testler, Ti-6Al-4V alaşımına kıyasla TiSiN kaplamaların daha yüksek korozyon direncini temsil etti. TiSiN kaplamanın daha yüksek korozyon direnci, nano kompozit yapısı ve bu kaplamanın yüzeyinde titanyum dioksit tabakasının yanında pasif silikon dioksit tabakasının oluşması ile ilgilidir. Sırasıyla ağırlıkça %17,2 ve ağırlıkça %11,3 Si içeren TiSiN kaplamalar için

en yüksek aşınma direnci ve %77'lik korozyon koruma verimliliği elde edildi (Movassagh-Alanagh et al. 2017).

Chang ve arkadaşları (2007), çiftli katodik ark plazma buharlaştırma yöntemi ile WC-Co alaşımı altlık numuneler üzerine TiSi (%80:20) ve TiAl (%50:50) içeren TiSiN/TiAlN filmleri kaplayarak mekanik ve tribolojik özelliklerini incelemiştir. Yapılan deneyler sonucu elde edilen film katmanlarının sertlik oranının (32-38 GPa) TiAlN kaplı numuneden (29 GPa) daha fazla olduğunu tespit etmişlerdir. Numunelerin sürtünme katsayıları incelendiğinde, film tabakalarının sürtünme kat sayısının (0,47-0,52), TiSiN (0,56) ve TiAlN (0,6) olarak bildirmişlerdir. Sonuç olarak ise, film ile kaplanan numunelerin mikroyapı, mekanik, aşınma ve korozyon özelliklerinde iyileşmenin kaplama tabakalarının kalınlığına, yapısına bağlı olduğunu değerlendirmişlerdir (Chang et al. 2007).

Devia ve arkadaşları (2017), Sertleştirilmiş çeliklerin kesme deneyleri, kaplanmış kesicilerin aşınma modlarının esas olarak yapışkan aşınması, 24 difüzyon aşınması ve oksidasyon aşınması olduğunu ve kırılma modunun kaplama soyulmaları olduğunu göstermiştir. Hem TiAlSiN hem de TiCrAlSiN kaplamalar, TiSiN ve TiCrSiN kaplamalara göre daha uzun takım ömrüne sahiptir, çünkü eski kaplamalar, daha yüksek tokluk ve daha düşük sürtünme katsayısı ile gelişmiş bir yüksek sertlik kombinasyonuna sahiptir. Bunun nedeni, bu kaplamaların talaşları kolayca çıkarabilmesi, kaplama soyulmalarının görünümünü ve aşınma etkisini etkili bir şekilde azaltması ve sonuç olarak karbür kesici takımın hizmet ömrünün önemli ölçüde artmasıyla sonuçlanmasıdır (Navarro-Devia et al. 2017).

Stabil bir nanoyapıya ve ≥ 45 GPa sertliğe sahip süper sert ikili nc-TiN/a-Si₃N₄ nanokompozitler, nitrojen basıncı $\geq 0,002$ mbar olduğunda reaktif magnetron püskürtme ile hazırlanabilir. Tamamen ayrılmış karışmaz TiN ve Si₃N₄ fazlarının rejimine ve 550–630 °C'lik yeterince yüksek bir çökeltme sıcaklığına karşılık gelen, faz ayrışmasını ve güçlü ve keskin form oluşumunu tamamlamak için gerekli olan yeterince hızlı bir difüzyon sağlar. Biriktirme sırasında ara yüz kullanılır. Hidrojen ve oksijen (ve plazma CVD ile çökeltilen kaplamalar durumunda klor) gibi prosten veya biriktirme sırasında kalan gazdan kaplamalara dahil edilebilecek safsızlıklar, ulaşılabilir maksimum sertliği

2. KAYNAK ÖZETLERİ

40-45'e düşürür. GPa zaten %0,1–0,2 seviyesinde. Oksijen kirliliği içeriği %0,5'i aştığında, kaplamaların sertliği 35 GPa'nın altında kalır. Daha da yüksek safsızlık içeriğinde, TiN'ye Si eklendiğinde sertlik artışı bulunmaz (Procházka et al. 2004).



3. MATERYAL ve YÖNTEM

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

Bu çalışma da magnetron sıçratma yöntemi ile TiSiN filmlerin sentezleme işlemi yapılmıştır. Filmlerin yapısal ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Filmlerin yapısal ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi için alüminyum 2024 ve 52100 çelik taban malzemeler kullanılmıştır.

Çizelge 3.1. Taban malzemelerin kimyasal bileşimleri

AISI 52100 Çeliği							
C	Mn	Cr	Si	Fe			
1.03	0.41	1.58	0.19	Balance			
Al 2024 Alaşımı							
Cr	Cu	Mg	Mn	Zn	Si	Fe	Al
0.086	4.35	1.64	0.71	0.22	0.46	0.52	Balance

3.2. Kaplama Prosesleri

Çizelge 3.2. Kaplamaların kodlanması ve kaplama parametreleri

Numuneler	Kaplamalar	Si hedef gücü (Watt)	Ti hedef gücü (Volt)	Basıncı (mTorr)	Süre (dk)
AL2024	A1	40	370	14	90
	A2	60	370	14	90
	A3	75	370	14	90
52100	S1	40	370	14	90
	S2	60	370	14	90
	S3	75	370	14	90

Çizelge 3.2’de her bir deney için kullanılan Si hedef güç değerleri verilmiştir. Al2024 taban malzemesi 40W, 60W ve 75W değerleri sırasıyla A1, A2, A3 olarak, 52100 çelik taban malzemesi için 40W, 60W ve 75W değerleri sırasıyla S1, S2, S3 olarak isimlendirilmiştir. Si hedef gücü DC modunda, Ti hedef gücü RF modunda, kaplama basıncı 14 mTorr ve süre 90 dk. olarak uygulanmıştır.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

Çelik ve alüminyum malzemeleri 3 mm kalınlığında ve 30 mm çapında tel erezyon yöntemi ile istenilen boyuta getirilmiştir. TiSiN kaplamaları Al2024 ve 52100 çelik malzeme üzerine Si hedef akımları 40W, 60W, 75W olacak şekilde değiştirilerek uygulanmıştır. Taban malzemelerin yüzeylerindeki pasif tabakanın kaldırılması ve kaplamaya hazır hale getirilmesi için kaba ve ince parlatmaya tabi tutulmuştur. Taban malzemelerine önce kalın taneli zımpara sonra ince taneli zımpara işlemleri uygulanmıştır. Sırasıyla 220, 400, 600, 800 ve 1200 mesh SiC zımparalar ile parlatılmaya tabi tutularak $Ra \leq 0,05 \mu\text{m}$ pürüzlülük değerine ulaşılmıştır. Daha düşük pürüzlülük değerleri kaplamaların taban malzemelere tutunmasını (adezyon) azaltacağı için bu değer yeterli görülmüştür (Çiçek and Efeoglu 2016).



Şekil 3.1. Zımpara cihazı

TiSiN kaplamalar şekil 3.2’de gösterilen nanovak cihazı ile PVD yönteminden sıçratma yöntemi ile kaplanmıştır.



Şekil 3.2. Sıçratma cihazı

3.3. Yapısal Özelliklerin Analizleri

3.3.1. X-Ray Difraktometre (XRD) analizleri

Büyütülen filmlerin kristal yapısının incelenmesi için X-Ray Difraktometre analizlerine tabi tutulmuştur. Şekil 3.3’de gösterilen cihazda analiz yapılmıştır.

3. MATERYAL ve YÖNTEM



Şekil 3.3. XRD cihazı

3.3.2. Taramalı elektron mikroskopunda yüzey ve kimyasal kompozisyon analizleri

TiSiN kaplamaların kesit ve yüzey görüntülerini incelemek için Şekil 3.4'de verilen elektron mikroskopu kullanılmıştır. Malzemelerin kimyasal bileşimlerinin belirlenmesi için Enerji Dispersiv Spektrumu (EDS) analizleri yapılmıştır.



Şekil 3.4. Taramalı elektron mikroskopu (SEM)

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.4. Mekanik ve Tribolojik Özelliklerin Analizleri

3.4.1. Mikro sertlik

Alüminyum 2024 ve 52100 çeliğine kaplamış olduğumuz TiSiN filmlerin sertlik değerlerinin belirlenmesi için Şekil 3.5’de verilen mikro sertlik cihazı kullanılmıştır. Vickers sertlikleri belirlendi. Mikro sertlik değerleri olarak 10 saniye boyunca 10 gr yük uygulandı. Her bir numune için 5 ölçüm yapıldı ve elde edilen değerlerin ortalaması alınarak sertlikler belirlenmiştir.



Şekil 3.5. Mikro sertlik cihazı (Shimadzu HMV G20)

3.4.2. Aşınma testi

Pin-on-disk aşınma deneyi için Şekil 3.6’da gösterilen aşınma cihazı kullanılmıştır. Aşınma oranları aşağıdaki formül ile belirlenmiştir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

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



Şekil 3.6. Bruker-UMT (Bruker universal mechanical tester) aşınma cihazı

Aşınma çalışmasında kullanılan parametreler Çizelge 3.3’de verilmiştir.

Çizelge 3.3. Aşınma Parametreleri

PARAMETRELER	DEĞERLER
Test Türü	Dairesel
Uygulanan Yük (N)	1
Aşınma Çapı (mm)	5
Aşınma Süresi (sn)	1.000
Aşınma Hızı (RPM)	150
Aşınma Hızı (mm/sn)	40
Karşı Bilye Malzemesi	Al ₂ O ₃ (alümina)
Karşı Bilye Çapı (mm)	0,5
Aşındırma Mesafesi (m)	50
Sıcaklık	20 ±2 °C

3.4.3. 3D profilometre analizleri

Aşındırılan numunelerin aşınma izlerini, yüzey pürüzlülüklerini ve aşınma hacimlerini belirlemek için Şekil 3.7’deki gösterilen 3D profilometre cihazı kullanılmıştır.

3. MATERYAL ve YÖNTEM









Şekil 3.7. 3D profilometre (Bruker Contour GT)

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

4.1. Yapısal Özellikler

Kaplama yapılan alüminyum 2024 ve 52100 çelik numunelerin yüzeydeki TiSiN filmlere ait görüntüler şekil 4.1’de verilmiştir.

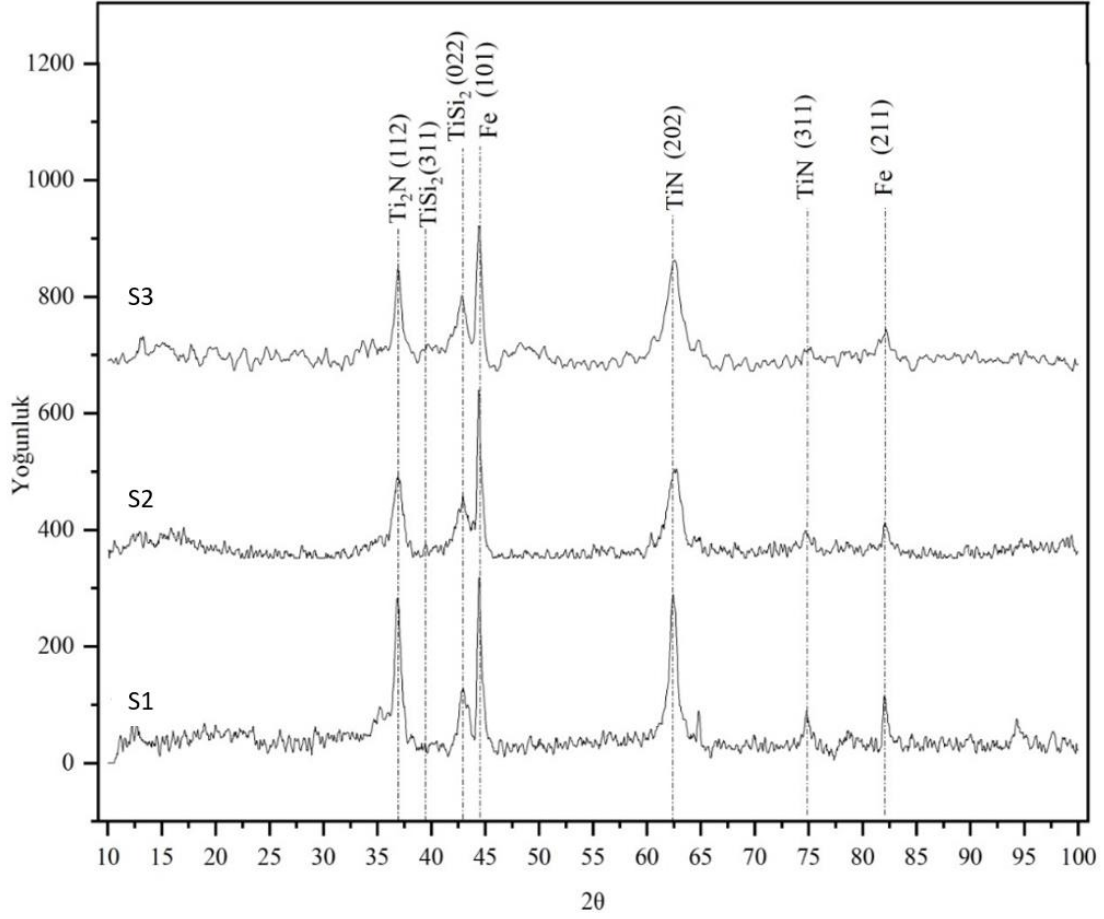
Kaplamalar			
WATT (Si)	40 W	60 W	75 W
Al 2024			
52100 çelik			

Şekil 4.1. Magnetron sıçratma yöntemi ile kaplama yapılan TiSiN filmlili numuneler

Alüminyum 2024 ve 52100 çelik malzeme üzerine büyütülen TiSiN filmlerin mikro yapılarını incelemek için Si: %10,76-14,10-20,03 göre XRD grafiği Şekil 4.2 ve Şekil 4.3’de gösterilmiştir.

Çelik taban malzemeler üzerine uygulanan magnetron sıçratma yöntemi ile TiSiN kaplamaların mikro yapılarının incelenmesi için X-ray kırınımı (XRD) analizi yapılmıştır. Yapılan analizler sonucunda Si: %10,76-14,10-20,03 miktarlarına göre elde edilen TiSiN kaplamaların XRD grafiği Şekil 4.2’de verilmiştir. S1 ve S2 numunelerine ait pikler benzer yoğunluklar gösterirken S3’de 45° de yoğun pik göstermiş 45° den sonra ise düşük yoğunluğa sahip amorfa yakın pik benzeri yükselmeler göstermiştir. Pik

değerlerine bakıldığında TiSiN kaplama için, kristal Si için hiçbir kırınım tepe noktası oluşmamıştır. Bu durum Si'nin amorf halde film içerisinde çözüldüğünü göstermektedir.



Şekil 4.2. 52100 çelik üzerine büyütülen TiSiN filmin XRD grafiği

Alanagh ve arkadaşları (2017) Çeşitli Si içerikleriyle Ti-6Al-4V üzerinde biriktirilen TiSiN kaplamalar çalışmaları yapmışlardır. Bu çalışmada, TiN, ve farklı TiSiN kaplamalar için TiN'nin sadece bir kristal fazının ve TiN ve ayrıca TiSi₂'nin iki kristalin fazının varlığını ortaya koymaktadır. TiSiN (Si:2-11,3-17,2) kaplamalar için. 36,31°, 43,22° ve 62,21°'lik 2θ açılardaki pikler, (111), (200) ve (220) düzlemlerinden saçılan TiN'in kübik B1 NaCl tipi yapısının karakteristik pikleri olarak atanır, sırasıyla. TiSiN-4 (Si:25,1) kaplama durumunda, (111) ve (200) piklerinin yoğunluğunun azaldığı tespit edilmiştir. (111) ve (200) pik yoğunluğunun azalması ve grafiğin arka planının artması, TiN taneleri etrafında amorf bir faz oluşumuna bağlanabilir. Bu nedenle, TiN taneleri etrafında bu fazın oluşumu büyümelerini

sınırlayabilir ve sonuç olarak kaplama tane boyutunun küçülmesine yol açar (Movassagh-Alanagh et al. 2017).

Akhter ve arkadaşları (2021) TiN ve TiSiN kaplamalar için toplanan XRD analizleri yapmışlardır. TiN kaplama için baskın faz, şunlara karşılık gelir: (111), (200), (220), (311) ve (222) düzlemleri $36,7^\circ$, $42,6^\circ$, $62,0^\circ$, $74,3^\circ$ ve $78,2^\circ$ 2θ değerlerinde tanımlandı. Sırasıyla $44,7^\circ$, $65,0^\circ$ ve $82,5^\circ$ 'de elde edilen kırınım tepe noktaları, Fe için (110), (200) ve (211) düzlemlerine atfedildi. Genel olarak, TiN kaplamaya kıyasla TiSiN kaplama için bu zirvelerin genişlemesiyle bağlantılı olarak kırınım zirvelerinin yoğunluğunda önemli bir azalma gözlemlendi. Ek olarak, TiSiN kaplamalar için kırınım piklerinin denge konumlarından daha düşük 2θ değerlerine doğru kaydığı fark edildi. TiSiN kaplama için, kristal Ti veya Si için hiçbir kırınım tepe noktası tespit edilmedi. Si_3N_4 fazlarının, Si'nin amorf halde veya katı çözeltide mevcut olabileceğini söylemişlerdir (Akhter et al. 2021).

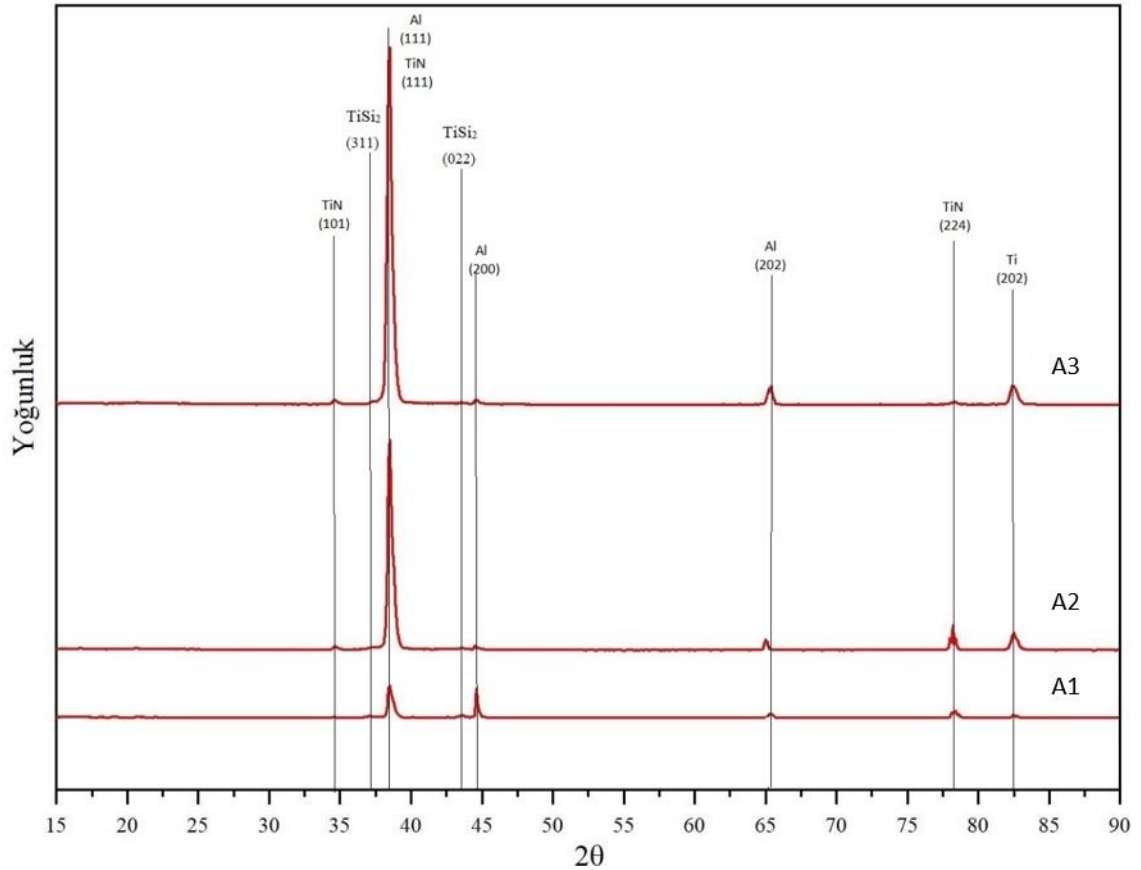
Rahman ve arkadaşları (2017) Ti ve S XRD diyagramları bakıldığında $500^\circ C$ 'de tavllanmış Ti tabakası durumunda, alt spektrumda hiçbir tepe gözlemlenmedi. Bu, katmanın amorf veya yüksek dokulu olabileceği anlamına gelir. İki küçük kristal tepe gözlemlendi ve TiSi ile uygun şekilde eşleştirildi, ancak bunlar fazı belirlemek için yeterli değildi (Rahman et al. 2017).

Zhang ve arkadaşları (2006) kaplamanın Si içeriğinin artırılmasının (%10–15) $TiSi_2$ oluşumuna yol açabileceğini bildirmiştir. Ayrıca, $TiSi_2$ fazının tane büyümesini engelleyici etkisinin, SiN x amorf fazından daha az olduğunu açıkladılar. Önceki çalışmalara ve ayrıca XRD grafiklerine dayanarak, CVD veya PVD yöntemleriyle üretilmiş SiN x bazlı kaplamaların amorf olduğunu ve sonuç olarak XRD aracılığıyla kesin olarak tanımlanamadıklarını vurgulamak gerekir. SiN x fazı amorf doğru gittiği için belirgin bir pik gözlenmemiştir (Zhang and Veprék 2006).

Çeşitli Si içerikleri ile S1, S2 ve S3 filmin XRD diyagramlarına bakıldığında (Şekil 4.2) TiSiN (Si: %10,76-14,10-20,03) kaplamalar için $36,71^\circ$ 'lik 2θ açılardaki pikin, (112) düzleminde saçılan Ti_2N fazının yoğunluğu yüksek olduğu gözlemlenmiştir. $39,25^\circ$, $43,61^\circ$ 'lik 2θ açılarındaki pikler, (311), (022) düzlemlerinde $TiSi_2$ fazlarının

yoğunluğunun yüksek olduğu tespit edilmiştir. Watt (Si) değeri arttıkça yoğunluklarda bir miktar azalma gözlemlenmiştir.

Al2024 taban malzemeler üzerine büyütülen TiSiN filmlerin mikro yapılarının incelenmesi için X-ışını kırınımı (XRD) grafikleri Şekil 4.3’de verilmiştir. Pik değerinin yüksek olduğu yerlerde yoğunluğun en yüksek (111) 38-40° aralığında Al ve TiN fazlarının yoğunluğunun yüksek olduğu gözlemlenmiştir. TiSiN A1, A2 ve A3 kaplamalar için 34,61°, 38,71° ve 78,2°’lik 2θ açılardaki pikler, (101), (111) ve (224) düzlemlerinde TiN fazlarının yoğunluğunun yüksek olduğu tespit edilmiştir. Çelik filmde TiSi₂ belirginlik gösterirken aynı derecelerde Al2024 üzerine büyütülen filmde TiSi₂ fazı yok denecek kadar azdır. Sadece Al2024 A1’de (022) düzleminde çok az tespit edilmiştir.



Şekil 4.3. Al2024 üzerine büyütülen TiSiN filmin XRD grafiği

TiSiN kaplamalarda yüzey pürüzlülükleri karşılaştırılmıştır. Filmlerin ortalama yüzey pürüzlülük değerleri (Ra, µm) Çizelge 4.1’de verilmiştir. Başlangıçta (kaplama

işlemi yapılmadan önce) yüzey pürüzlülük değeri 0,05 Ra'dır. TiSiN kaplama sonucunda A1 ve S1 filmleri karşılaştırıldığında; S1 filmin 0,069 μm yüzey pürüzlülük değeri ile daha düşük olduğu, A2 ve S2 filmleri karşılaştırılınca S2 filmin 0,077 μm yüzey pürüzlülük değeri ile daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. A3 ve S3 filmleri karşılaştırılınca S3 filmin 0,089 μm yüzey pürüzlülük değeri ile daha düşük olduğu tespit edilmiştir. TiSiN filmler S1, S2, S3, A1, A2 ve A3 kendi aralarında karşılaştırıldığında çelik üzerine büyütülen TiSiN filmin yüzey pürüzlülükleri Al2024 üzerine büyütülen TiSiN filminin yüzey pürüzlülüğünden daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Si miktarlarının artmasıyla kaplamanın yüzey pürüzlülüğünün arttığı tespit edilmiştir.

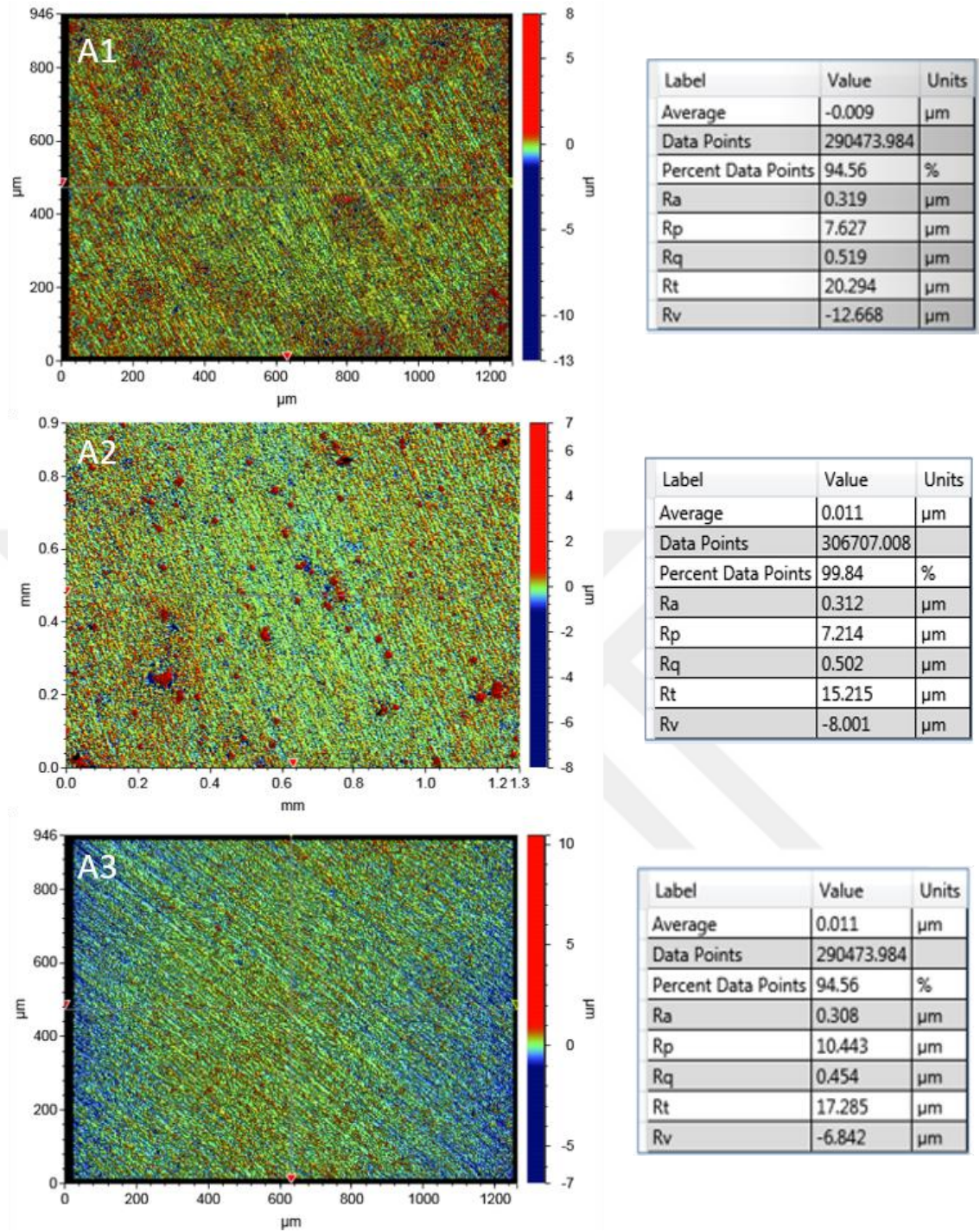
Çizelge 4.1. Yüzey pürüzlülüğü (Ra, μm) değerleri

NUMUNELER	KAPLAMALAR	YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ (Ra, μm)
ALÜMİNYÜM	A1	0,319
	A2	0,312
	A3	0,308
ÇELİK	S1	0,069
	S2	0,077
	S3	0,089

TiSiN filmlerin mikro yapısal oluşumu, kalınlıkları ve niteliklerini belirlemek için taramalı elektron mikroskopu (SEM) yardımı ile çalışma yapılmıştır. 3D profilometre görüntüleri Şekil 4.4 ve Şekil 4.5'de Taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile alınmış büyütülen filmlerin yüzey görüntüleri Şekil 4.6'da verilmiştir. Si değerleri arttırıldığında yüzey pürüzlülüklerinde artış olmuştur.

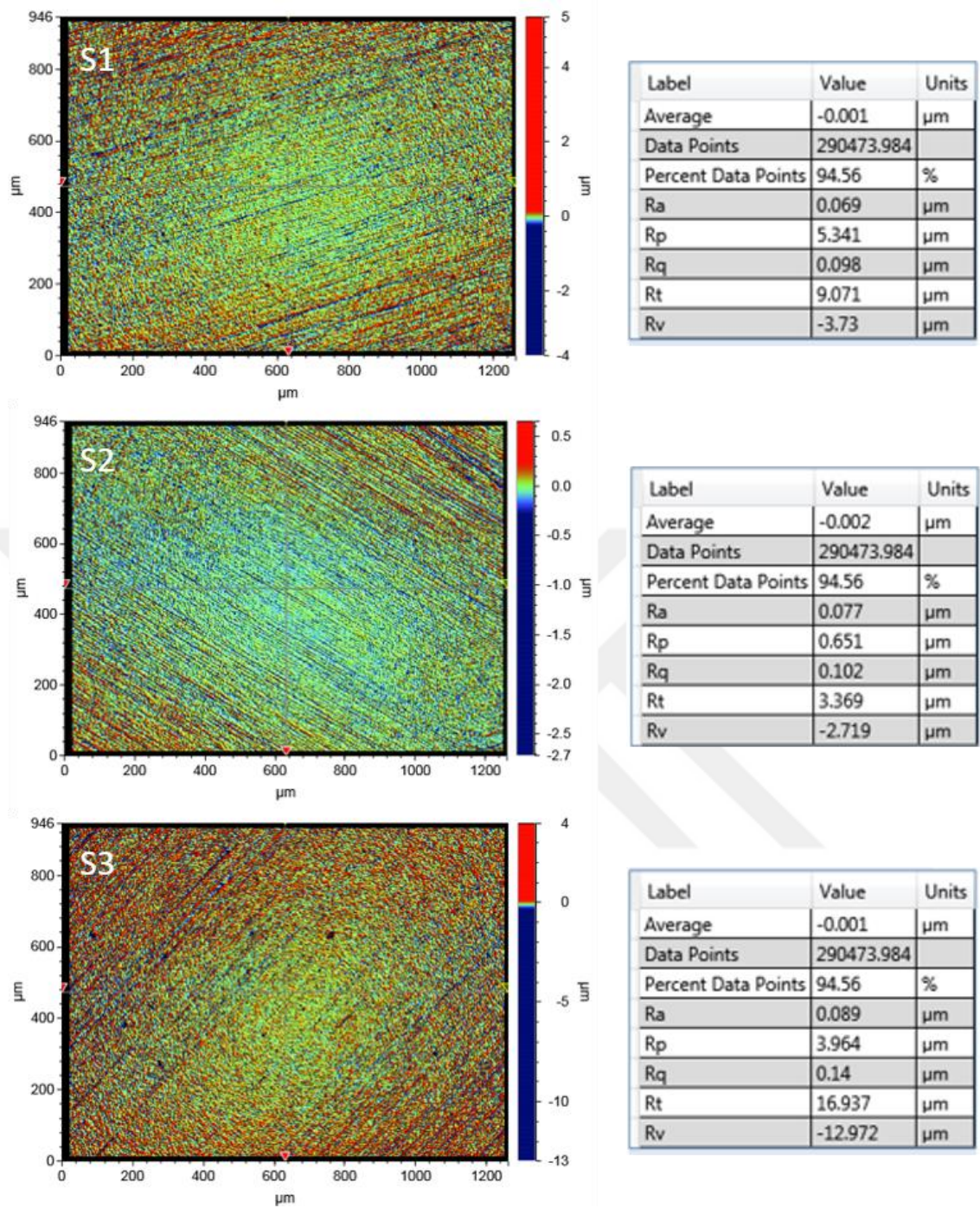
Movassagh-Alanagh ve arkadaşları (2017) Ti-6Al-4V kaplanmamış substratın ve ayrıca çeşitli Si içerikli TiSiN kaplamaların 3D AFM görüntülerini incelemişlerdir. Si içeriğinin artmasıyla kaplamanın yüzey pürüzlülüğünün arttığı tespit edilmiştir. Kaplamaların Si içeriğinin artmasıyla yüzey pürüzlülüğü arttığı tespit edilmiştir(Movassagh-Alanagh et al. 2017).

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA



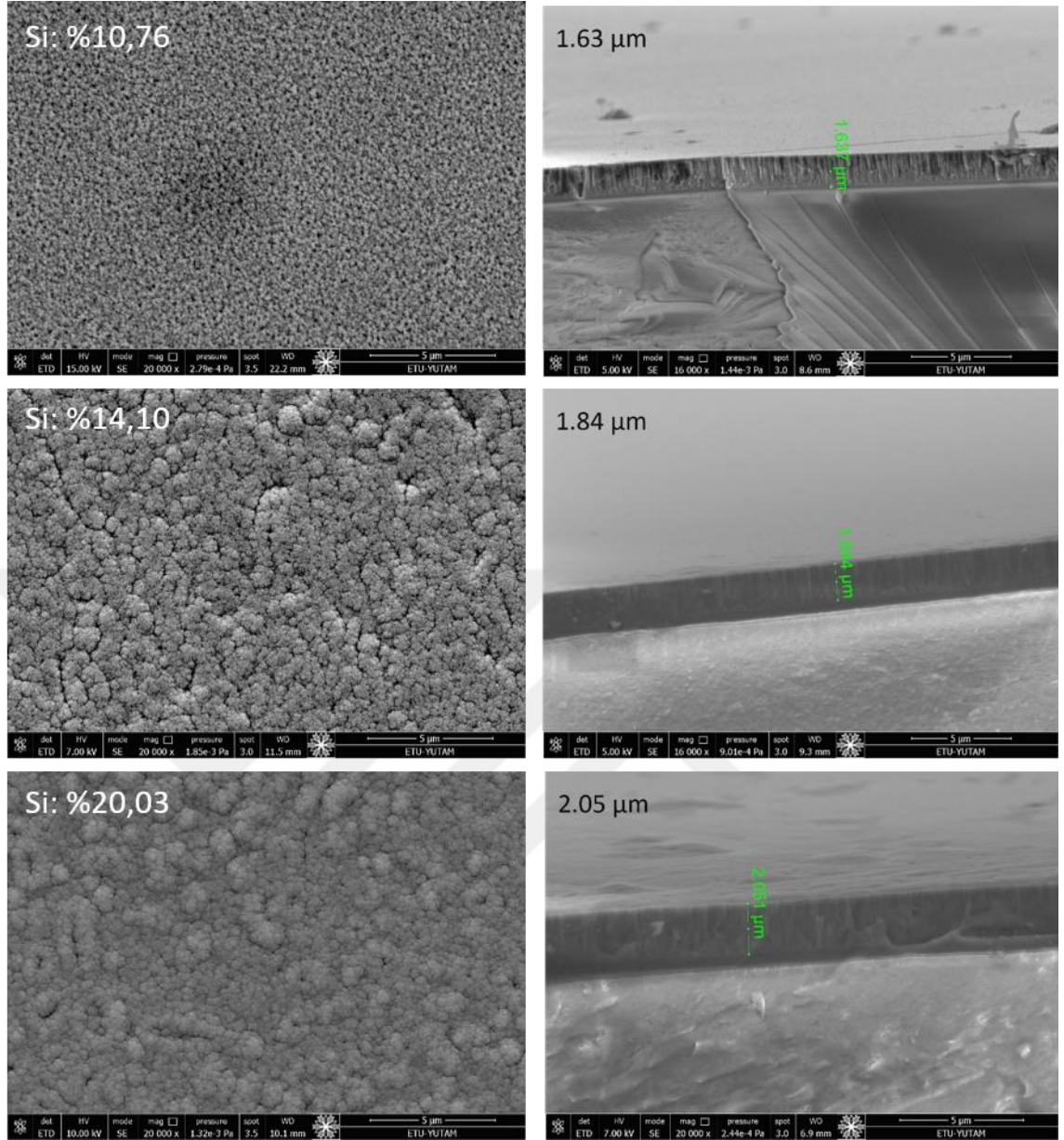
Şekil 4.4. TiSiN A1, A2 A3 filmlerin yüzey pürüzlülüğü 3D profilometre görüntüsü

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA



Şekil 4.5. TiSiN S1, S2, S3 filmlerin yüzey pürüzlülüğü 3D profilometre görüntüsü

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

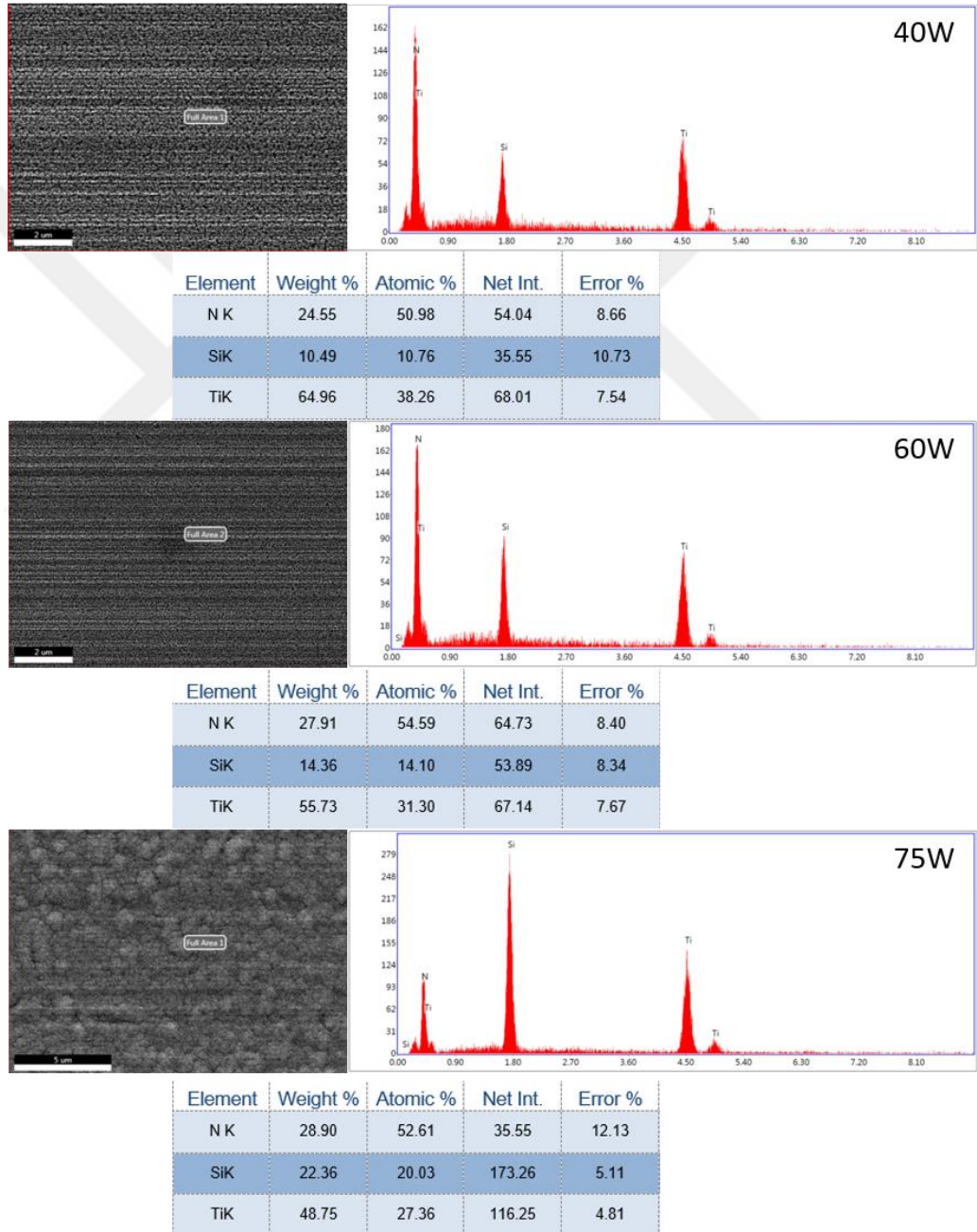


Şekil 4.6. TiSiN (Si: %10,76-14,10-20,03) filminin yüzey ve kesit görüntüleri

Yüzey ve kesit SEM görüntüleri Şekil 4.4'de gösterilmiştir. Kalınlıkları incelendiğinde Si değerlerindeki artış kalınlığının da arttığını göstermiştir. Hedef akımı arttıkça sıçratılma oranı arttığı için plazma yoğunluğu da artmaktadır ve bu doğrultuda film kalınlıkları da artmıştır.

4.2. Kimyasal Kompozisyon Analizleri (EDS)

Al2024 ve 52100 çelik taban malzeme üzerine TiSiN (Si: 40-60-75W) ile yapılan kaplamaların kimyasal kompozisyonları Enerji Dispersiv Spektrumu (EDS) yardımı ile belirlenmiştir. Cam malzeme üzerine büyütülen TiSiN filminin EDS analizleri ve %atom miktarları Şekil 4.7’de verilmiştir.



Şekil 4.7. TiSiN (Si: 40-60-75W) ile büyütülen filmlerin EDS değerleri

EDS analizlerinden elde edilen sonuçlara göre Si:40W ile büyütülen TiSiN filminde Si oranının %10,76, N oranının %50,98, Ti oranının %38,26 olduğu görülmüştür. 60W ile büyütülen filmin Si oranının %14,10, N oranının %54,59, Ti oranının %31,30 olduğu görülmüştür. 75W ile büyütülen filmde ise Si oranının %20,03, N oranının %52,61, Ti oranının %27,36 olduğu görülmüştür. Si artış oranı ile Ti oranındaki azalış benzerlik göstermiştir.

Wan ve arkadaşları (2018) EDS tarafından tespit edilen TiSiN/TiN kaplamaların bileşimleri gözlemlenmiştir. Biriktirilen kaplamalar tasarlandığı gibi Ti, Si, N elementlerinden oluşmuştur. Tüm kaplamalarda, Si oranı arttıkça Ti oranında azalma gerçekleşmiştir. Si konsantrasyonu, diğer elementlerden daha düşüktür. Bunun nedeni, Ti ve Si elementlerinin iyonlaşma durumlarının farklılığından kaynaklanan alaşım hedeflerinin bileşimi bozunma etkisi ile ilgili olduğu tespit edilmiştir (Wan et al. 2018).

4.3. Mekanik Özellikler

TiSiN kaplamaların ortalama mikro sertlik değerleri Çizelge 4.2’de verilmiştir. Alüminyum 2024 de En yüksek sertlik değerinin 441 HV olarak 75W ile yapılan kaplamada elde edilmiştir. 52100 çeliğinde de aynı şekilde en yüksek sertlik değerinin 618 HV olarak 75W ile yapılan kaplamada elde edilmiştir. Çalışmalar sonucunda Si değeri arttığında doğru orantılı olarak sertliğinde arttığı gözlemlenmiştir. Literatürde de aynı sonuçlara varılmıştır.

Movassagh-Alanagh ve arkadaşları (2017) Sertlik değişimlerinin kaplamaların tane boyutu ile ters bir eğilim gösterdiği görülebilir. Bu bağlamda, tane boyutunun küçültülmesi, dislokasyon hareketlerine baraj görevi gören tane sınırlarının artmasına neden olur. Kaplama bileşimine Si'nin katılmasıyla TiN tane boyutunun küçülmesi nedeniyle, daha büyük tane sınır alanının etkileri, kaplamanın artan Si içeriği ile sertliğin artmasına katkıda bulunur. Kaplamanın Si içeriğinin arttırılmasının TiN tane boyutunun azalmasına yol açtığını gösterir. TiN tanelerinin çevresinde SiN amorf fazın oluşması bu davranışın ana nedeni olarak kabul edilebilir. Bu bağlamda, kaplamanın Si içeriğinin artması nedeniyle TiN taneleri etrafında oluşan SiN amorf fazı artmaktadır. Bu, TiN tanelerinin büyümesini engellemiştir (Movassagh-Alanagh et al. 2017).

Si miktarı arttıkça yapıda TiN tanelerinin küçülmesine neden olur ve tane sınırı miktarı artış gösterir. Bir malzemedeki tane sınırı miktarı arttıkça, dislokasyonların karşılaştığı engel miktarı da arttığı için, daha fazla sayıda dislokasyon hareketsiz kalır; böylelikle filmlerin mukavemet değerlerinde artış meydana gelir. Yapı içerisindeki katı çözeltiler miktarı da artmıştır. Sonuç olarak Si miktarının artışı ile filmlerin sertliğinde de artış elde edilmiştir.

Çizelge 4.2. Ortalama sertlik değerleri

NUMUNELER	KAPLAMALAR	ORTALAMA SERTLİK DEĞERLERİ (HV _{0.1})	(GPa)
ALÜMİNYÜM	A1	349	3,42
	A2	394	3,86
	A3	441	4,33
ÇELİK	S1	529	5,19
	S2	545	5,35
	S3	618	6,06

Yu ve arkadaşları (2009), hibrid kaplama yöntemi kullanarak (hollow cathode discharge-HCD ve midfrequency magnetron sputtering-MFMS) farklı Si içeriğine sahip TiAlSiN kaplamalarla yaptıkları çalışmada, elde edilen kristal faz yapısının içeriğindeki TiAlN alaşımına bağlı olduğunu, bu alaşıma Si elementinin ilave edilmesi ile mikrosertlik ve adhezyonu arttırdığını belirtmişlerdir (Yu et al. 2009).

Cheng ve arkadaşları (2010), ark biriktirme (Large Area Filtered Arc Deposition-LAFAD) yöntemi ile 2,5 µm kalınlığında TiSiN kapladığı çelik numunelerin aşınma ve tribolojik özelliklerini incelediği çalışmada, elde ettiği TiSiN kaplamanın sertlik ve Young modülü değerinin içeriğindeki Si miktarının artırılması ile arttığını, 440a paslanmaz çeliğinin aşınma oranı ve sürtünme katsayısında önemli bir miktar azalma meydana getirdiğini, kaplamaların tribolojik davranışlarının içerikte bulunan Si elementinin miktarı ile doğru orantılı olarak değiştiğini belirtmiştir (Cheng et al. 2010).

4.4. Tribolojik Özellikler

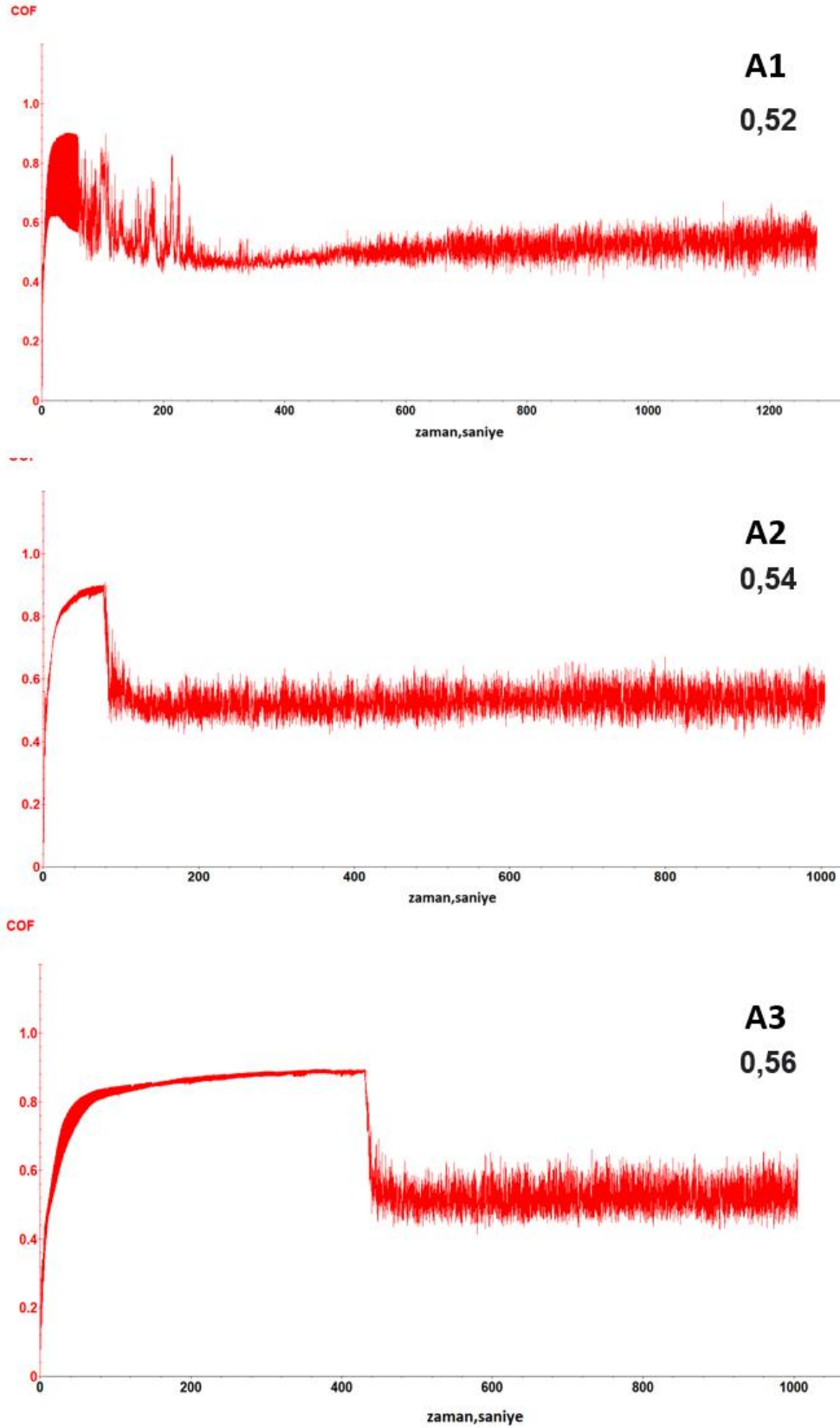
TiSiN filmlere uygulanan pin-on-disk aşınma testinde 1 N sabit yük altında 1000 saniye uygulanarak yapılan çizik testinde sürtünme katsayıları Çizelge 4.3’de verilmiştir. Numuneleri Al2024 üzerine büyütülen TiSiN (Si: %10,76-14,10-20,03) ve 52100 çeliği üzerine büyütülen TiSiN (Si: %10,76-14,10-20,03) filmler olmak üzere sürtünme katsayıları karşılaştırılmıştır. En yüksek sürtünme katsayısının 52100 çelik üzerine büyütülen TiSiN (S3) filminde 0,68 olarak tespit edilmiştir. Bütün numuneler karşılaştırıldığında en düşük sürtünme katsayısının Al2024 üzerine büyütülen TiSiN (A1) filminde 0,52 olarak belirlenmiştir. XRD analizinde Si miktarı arttıkça TiN fazının azaldığı ve bu doğrultu da sürtünme katsayılarının az miktarda arttığı gözlemlenmiştir.

Chang ve arkadaşları (2007), TiSiN filminin sürtünme katsayısının alıştırma aşamasından kararlı duruma kadar kademeli olarak arttığını ve ardından 0,75 ile 0,8 arasında sabit bir sürtünme katsayısı olduğu belirtilmiştir. Bununla birlikte, TiSi(N,O) kaplamaların TiSiN kaplamanınkinden 0,65 ile 0,75 arasında daha düşük bir sürtünme katsayısına sahip olduğu açıktır, ancak kayma durumunda bu kararsız bir sürtünme katsayısı olduğunu ifade etmişlerdir (Chang et al. 2007). Literatürdeki değerler ile karşılaştırıldığında bu çalışmada daha düşük sürtünme katsayısı değerleri elde edilmiştir.

Chang ve arkadaşları (2007), Numunelerin sürtünme katsayıları incelendiğinde, film tabakalarının sürtünme kat sayısının (0,47-0,52), TiSiN (0,56) ve TiAlN (0,6) olarak bildirmişlerdir. Sonuç olarak ise, film ile kaplanan numunelerin mikroyapı, mekanik, aşınma ve korozyon özelliklerinde iyileşmenin kaplama tabakalarının kalınlığına, yapısına bağlı olduğunu değerlendirmişlerdir (Chang et al. 2007).

Çizelge 4.3. Sürtünme katsayı deęerleri

NUMUNELER	KAPLAMALAR	SÜRTÜNME KATSAYISI
ALÜMİNYÜM	A1	0,52
	A2	0,54
	A3	0,56
ÇELİK	S1	0,66
	S2	0,67
	S3	0,68

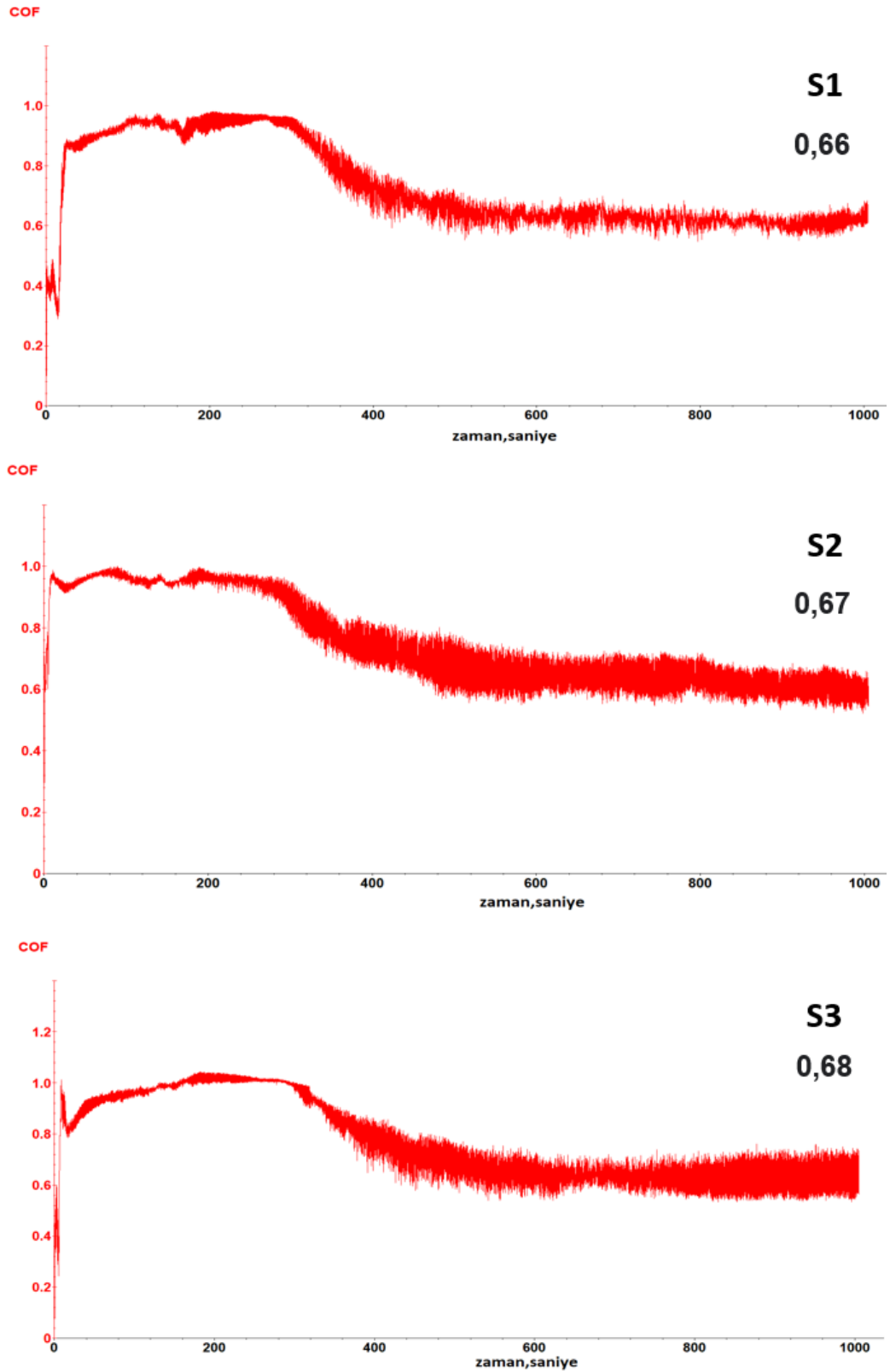


Şekil 4.8. A1, A2, A3 filmlerin sürtünme katsayısı (CoF) grafiği

4. ARAŐTIRMA BULGULARI ve TARTIŐMA

Taban malzemesi Al2024 üzerine bytlen TiSiN A1 filmin srtnme katsayı grafiđi Őekil 4.8’de verilmiŐtir. Dalgalanma 0,9 srtnme katsayısına kadar ykseldikten sonra dŐŐe ekip 200 saniyeden sonra stabil olarak ortalama 0,52 srtnme katsayısı civarında devam etmiŐtir. A2 srtnme grafiđinde dalgalanma 100 saniyede 0,9 srtnme katsayısına kadar ykseldikten sonra ani dŐ ile 0,54 srtnme katsayısına inip stabil olarak devam etmiŐtir. A3 dalgalarında ise 400 saniyeye kadar 0,9 srtnme katsayısı deđerinde stabil devam ederken film kırılması nedeni ile 0,56 srtnme katsayısına deđerine inip stabil devam ettiđi gzlemlenmiŐtir. Srtnme katsayısı en dŐk A1’de tespit edilmiŐtir.





Őekil 4.9. S1, S2, S3 filmlerin sűrtűnme katsayısı (CoF) grafiđi

Taban malzemesi 52100 elik űzerine bűyűtűlen TiSiN S1 filmin sűrtűnme katsayısı grafiđi Őekil 4.9’da verilmiŐtir. 300 saniyeye kadar Dalgalanmalar 0,9-1

civarlarındayken 300. Saniyeden sonra dalgalanmada düşüş yaşanmış ve 450. Saniyeden sonra stabil Dalgalar elde edilmiştir. Sürtünme katsayısı ortalama 0,66'dır. S2 ve S3 filmlerin ortalama sürtünme katsayıları sırası ile 0,67-0,68'dir. Grafikleri S1 grafiği ile benzer şekilde dalgalanma oluşmuştur. Sürtünme katsayısı en düşük S1 de tespit edilmiştir. XRD grafiği incelendiğinde Si değeri arttıkça TiN fazının azalması bu durumu desteklemiştir.

Chang ve arkadaşları (2007), Numunelerin sürtünme katsayıları incelendiğinde, film tabakalarının sürtünme kat sayısının (0,47-0,52), TiSiN(0,56) ve TiAlN (0,6) olarak bildirmişlerdir. Sonuç olarak ise, film ile kaplanan numunelerin mikroyapı, mekanik, aşınma ve korozyon özelliklerinde iyileşmenin kaplama tabakalarının kalınlığına, yapısına bağlı olduğunu değerlendirmişlerdir (Chang et al. 2007).

Sürtünme katsayısı-zaman grafikleri incelendiğinde, testin başlangıcında sürtünme katsayısının hızla arttığı gözlemlenmektedir. Bunun sebebi, sürtünme testi başlangıcında, bilye ile numune yüzeyindeki pürüzlülüklerinin üst noktasının temas etmesiyle, temas yükünün yüksek, yüzey alanının ise çok düşük olmasıdır. Bu ilk temas esnasında oluşan Hertzian teması nedeniyle sürtünme katsayısının değeri artmakta, daha sonra temas eden yüzeylerin birbirine alışması sonucu, azalan pürüzlülükle kararlı hale gelmektedir. Yüzey pürüzlülüğü ile abrazyon etkisi sürtünme ve aşınma açısından önemlidir. Genel olarak yüzey pürüzlülüğü arttıkça sürtünme katsayısı artmaktadır. Sürtünme katsayısı - zaman grafiklerinin kararlı durum (steady - state) bölgelerinde sürtünme katsayısındaki salınımlar dikkati çekmektedir. Bu durumun sebebi, aşınma bölgesinde meydana gelen üç gövde etkisi (three body effect) olarak yorumlanmıştır. İlerleyen çevrim sayılarında artan aşınma ile sürtünme katsayıları da bir sınır değere kadar artış eğilimine girmekte, aşınma hızındaki azalma ile (temas alanının artması, oksidasyon vb. sebeplerle) sürtünme katsayılarındaki değişim de düşük seviyelere inmektedir. Elde edilen sürtünme katsayı değerleri literatürde yapılan çalışmalar ile uyumludur (Wendler and Pawlak 2008; Chen et al. 2014; Bartolomeu et al. 2017).

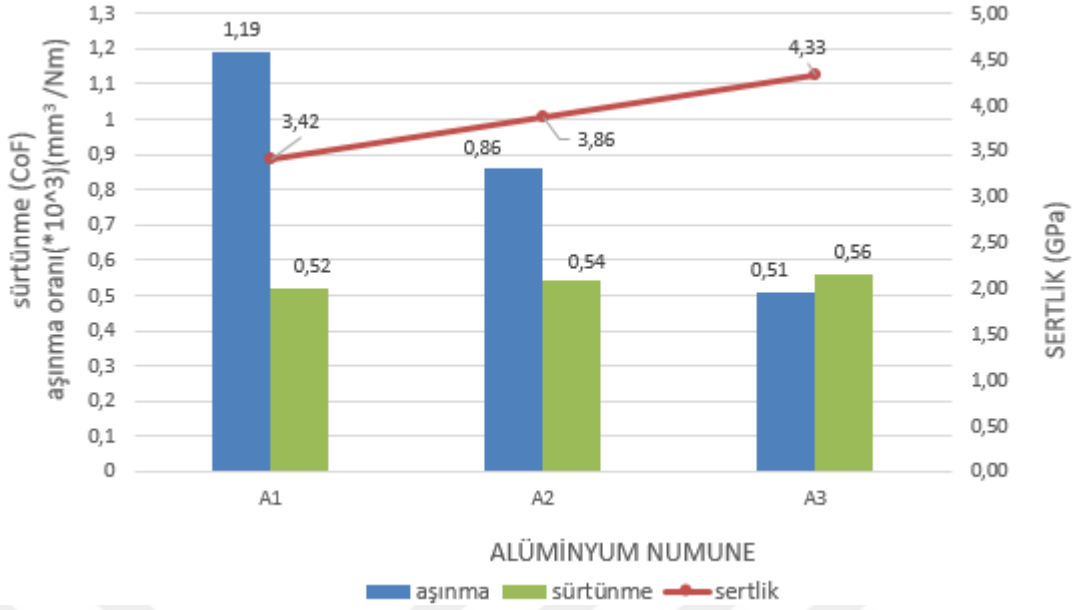
Çizelge 4.4. Aşınma değerleri

NUMUNELER	KAPLAMALAR	AŞINMA ORANLARI (mm ³ /Nm)
ALÜMİNYÜM	A1	11,9x10 ⁻⁴
	A2	8,64x10 ⁻⁴
	A3	5,02x10 ⁻⁴
ÇELİK	S1	1,63x10 ⁻⁴
	S2	2,35x10 ⁻⁴
	S3	3,17x10 ⁻⁴

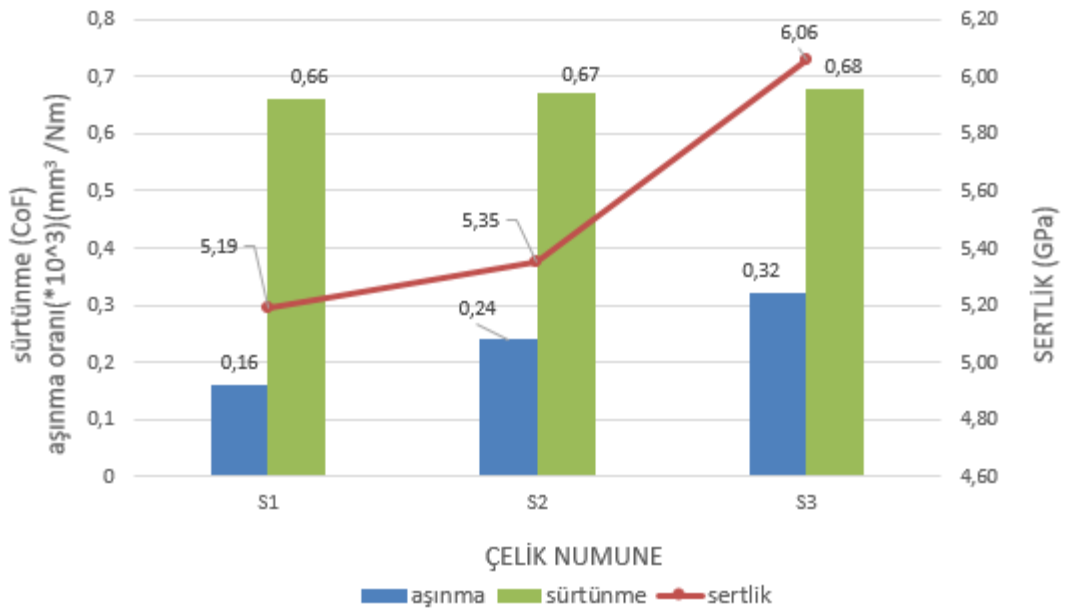
Alüminyum 2024 numunelerinin aşınma oranları çizelge 4.4.'de gösterilen değerler karşılaştırıldığında A1 filmin aşınma oranının yüksek, Si değeri arttığında ise aşınma oranının A3 olan numunede düştüğü gözlemlenmiştir. 52100 çeliğine baktığımızda S1 olan çeliğin aşınma oranının düşük Si değeri arttığında ise S3 çeliğin aşınma oranının arttığı gözlemlenmiştir.

Filmlerin içerisindeki kristal yapı oranları arttıkça filmlerin kohezyon kuvvetinin arttığı ve aşınma oranlarında düşüşün meydana geldiği tespit edilmiştir. Çelik üzerine büyütülen filmlerin daha az aşınmasının nedeni de bu filmlerde daha yüksek oranda kristal yapıların oluşması şeklinde değerlendirilmiştir. Alüminyum üzerine büyütülen filmlerde ise kristal yapı oluşumu daha az olduğu için aşınma oranları daha yüksek değerlerde elde edilmiştir.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA



Şekil 4.10. A1, A2 ve A3 filmlerin sürtünme, aşınma ve sertlik parametrelerinin grafiği



Şekil 4.11. S1, S2 ve S3 filmlerin sürtünme, aşınma ve sertlik parametrelerinin grafiği

Al2024 üzerine büyütilen TiSiN (Si: %10,76-14,10-20,03) filmin aşınma, sürünme ve sertlik parametrelerinin değişim grafiklerinin bir arada verildiği grafik Şekil 4.10'da gösterilmiştir. Aşınma ve sürtünme oranlarının düşmesi ile sertliğin arttığı tespit edilmiştir. Sertlik değerinin en düşük olduğu film A1'de 3,42 GPa, en yüksek sertlik A3'de filmde 4,33 GPa olarak tespit edilmiştir. Sürtünme katsayılarında ise %2'lik bir düşüş gözlemlenmiştir.

52100 çelik üzerine büyütülen TiSiN (Si: %10,76-14,10-20,03) filmin aşınma, sürünme ve sertlik parametrelerinin değişim grafiklerinin bir arada verildiği grafik Şekil 4.11'de gösterilmiştir. Grafiği inceleyecek olursak sertliğin artması ile aşınma oranında artış meydana gelmiştir. Sürtünme katsayısında ise %1'lik bir artış gözlemlenmiştir. XRD grafiğinde Si miktarının artması ile TiN faz yoğunluğunun azalması bu durumu desteklemektedir. Sertlik değerinin en düşük olduğu filmin S1, en yüksek olduğu filmin ise S3'de 6,06 GPa olarak tespit edilmiştir. Aşınma oranlarında en düşük aşınma S1'de $1,63 \times 10^{-4}$ en yüksek aşınma ise S3'de $3,17 \times 10^{-4}$ olarak tespit edilmiştir.

Akhter ve arkadaşları (2021) Si gibi güçlü elemanların eklenmesi, TiN filmlerin daha da iyi performans göstermesine katkıda bulunabilir. Magnetron püskürtme ile üretilen TiSiN kaplamaların, üstün sertlikleri, yüksek korozyon ve oksidasyon direnci, düşük sürtünme katsayısı nedeniyle mühendislik bileşenlerinin mekanik özelliklerini iyileştirdiği bulunmuştur. Bu mükemmel özelliklerden sorumlu olan birincil faktörün, tipik olarak amorf bir silisyum nitrür (Si_3N_4) matrisi ile kapsüllenmiş nanokristalin TiN tanelerinden oluşan TiSiN kaplamaların nanokompozit yapısına atfedildiğine inanılmaktadır. Ayrıca, bu TiSiN kaplamaların yapışma mukavemeti ve aşınma davranışı, mikro yapı, mekanik özellikler ve Si içeriği ile ilişkilendirilebilir. Akter ve ekibi magnetron püskürtmeli TiSiN kaplamaları incelemiş ve geliştirilmiş çizik yapışma mukavemeti (daha yüksek kritik yükler) ve geliştirilmiş tribolojik performansın nanokompozit yapılarına, üstün mekanik özellikleri ve daha düşük Si konsantrasyonuna atfedildiğini göstermiştir (Akhter et al. 2021).

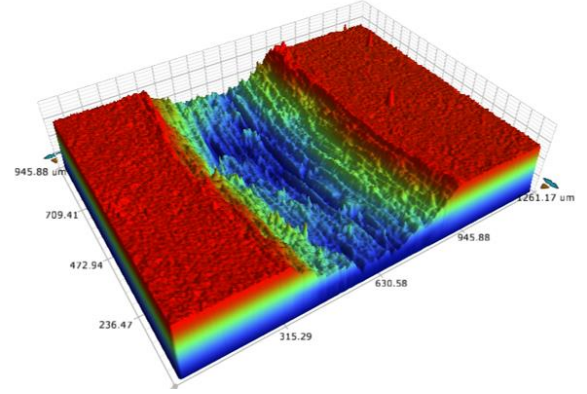
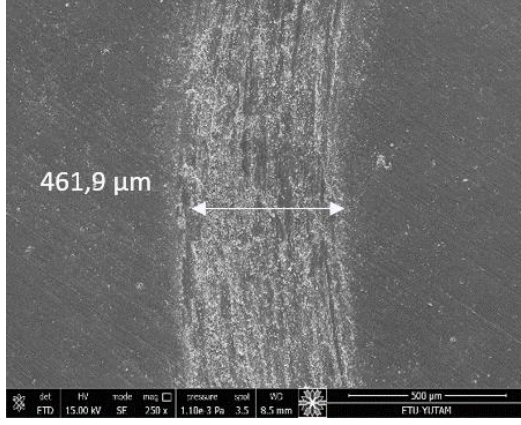
Chang ve arkadaşları (2007), Numunelerin sürtünme katsayıları incelendiğinde, film tabakalarının sürtünme katsayısının (0,47-0,52), TiSiN(0,56) ve TiAlN (0,6) olarak bildirmişlerdir. Sonuç olarak ise, film ile kaplanan numunelerin mikroyapı, mekanik, aşınma ve korozyon özelliklerinde iyileşmenin kaplama tabakalarının kalınlığına, yapısına bağlı olduğunu değerlendirmişlerdir (Chang et al. 2007).

Çizelge 4.5. Numunelerin aşınma iz genişlik verileri

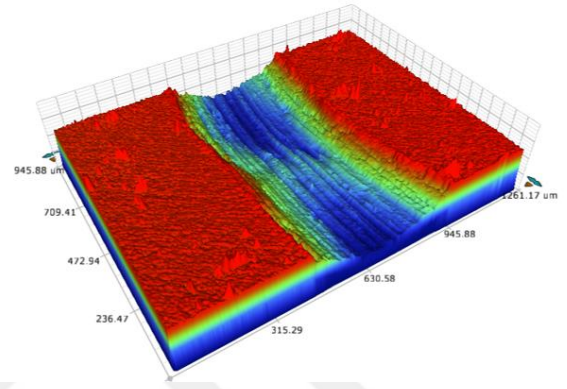
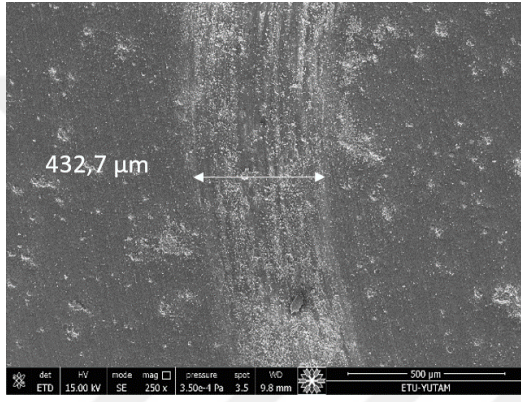
NUMUNELER	KAPLAMALAR	İZ GENİŐLİĐİ (μm)
ALÜMİNYÜM	A1	461,9
	A2	432,7
	A3	418,6
ÇELİK	S1	334,8
	S2	346,8
	S3	365,4

Őekil 4.25’de SEM görüntüleri ve çizelge 4.5.’de gösterilen değerler üzerinde alüminyum 2024 kaplama numunelerin aşınma iz genişlikleri gösterilmiştir. Bu SEM ve 3D görüntüleri arasında en yüksek sertliğe sahip olan Al2024 üzerine büyütülen TiSiN A3 filmin iz genişliğinin en düşük iz genişliğine sahip olduğu görülmektedir.

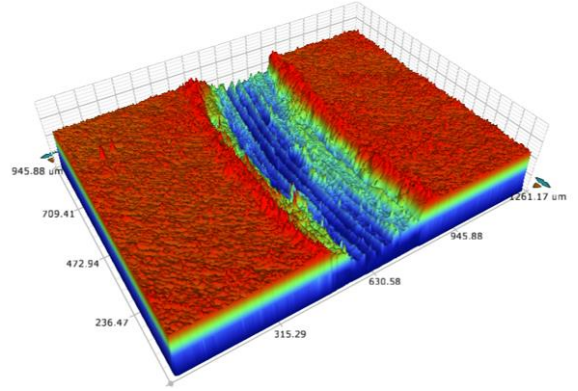
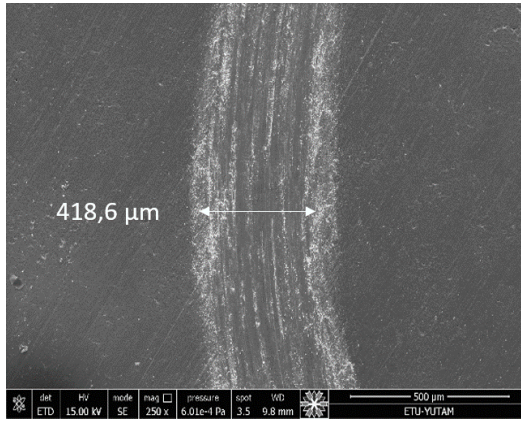
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA



a) A1 filmin SEM ve 3D görüntüsü



b) A2 filmin SEM ve 3D görüntüsü



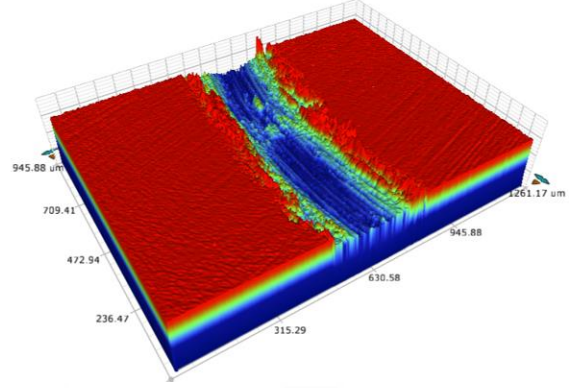
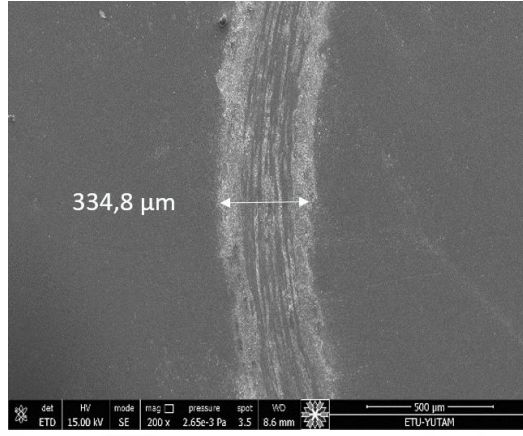
c) A3 filmin SEM ve 3D görüntüsü

Şekil 4.12. A1, A2, A3 filmlerin iz genişlik SEM ve 3D görüntüleri

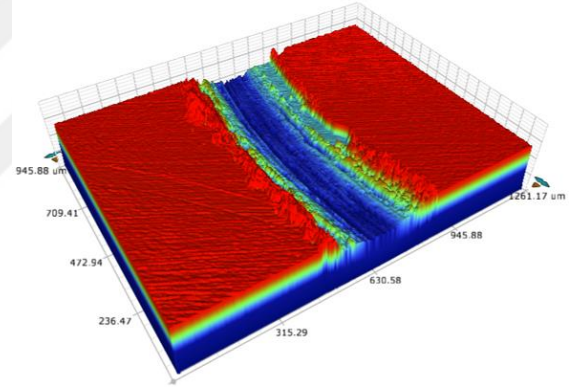
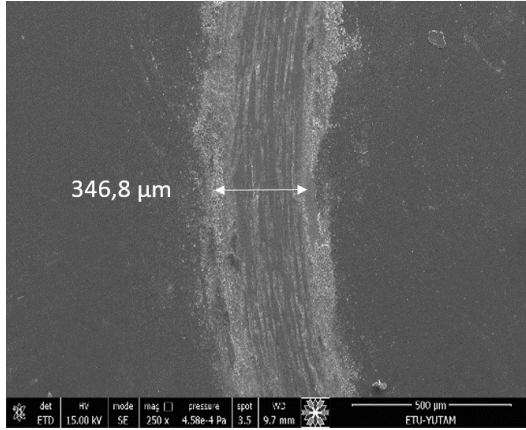
Şekil 4.26’de SEM görüntüleri üzerinde 52100 çelik kaplama numunelerin aşınma iz genişlikleri gösterilmiştir. Bu SEM görüntüleri arasında en yüksek sertliğe sahip olan

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

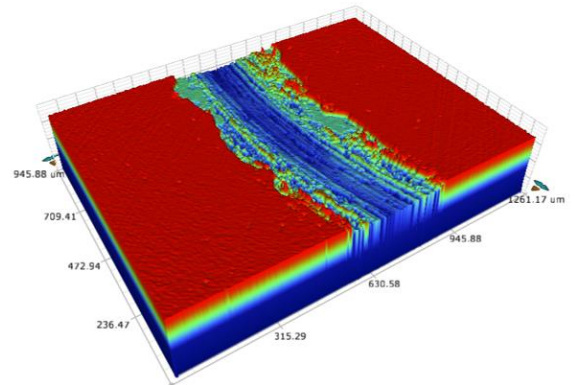
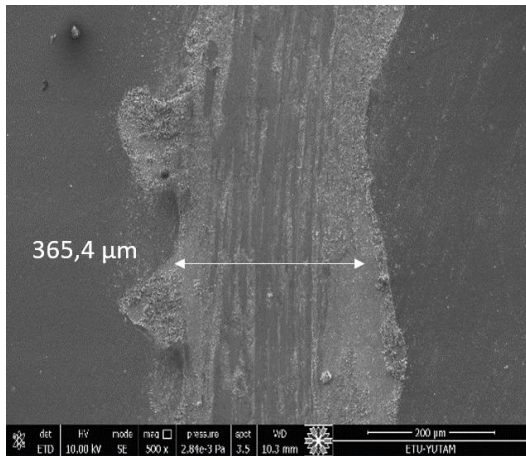
52100 çelik üzerine büyütülen TiSiN S3 filmin iz genişliğinin en düşük iz genişliğine sahip olduğu görülmektedir.



a) S1 filmin SEM ve 3D görüntüsü



b) S2 filmin SEM ve 3D görüntüsü



c) S3 filmin SEM ve 3D görüntüsü

Şekil 4.13. S1, S2, S3 filmlerin iz genişlik SEM ve 3D görüntüleri

52100 elik zerine bytlen TiSiN filmin iz geniŐliĐi incelendiĐinde Si miktarı arttıĐa iz geniŐliĐinde artıŐ meydana gelmiŐtir bu durum aŐınma oranları ile karŐılaŐtırıldıĐında Si miktarının artması aŐınma oranını arttırdıĐı iin iz geniŐliĐinin giderek artması bu durumu desteklemektedir. S3 numunesinde film kırıklarına rastlanmıŐtır. Film kırılmasının sebepleri TiSiN S3 numunenin daha sert ve gevrek olduĐunu gstermektedir. Gevrek olduĐundan dolayı srtnme esnasında srtnen almina topun parayla temasında para sert ve gevrek olduĐundan dolayı temas edilen kısımların dıŐında ki kısımlarında (film tabakasında) kırılmalar meydana gelmiŐtir.

Al2024 zerine bytlen TiSiN filmin iz geniŐliĐi incelendiĐinde Si miktarı arttıĐa iz geniŐliĐinde dŐŐ tespit edilmiŐtir. AŐınma oranına bakıldıĐında Si miktarı arttıĐında Al2024 zerine bytlen filmde aŐınma oranında azalma olması iz geniŐliĐinde de dŐŐ olduĐunu doĐrular nitelikte olduĐu gzlemlenmiŐtir.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Al2024 ve 52100 çelik üzerine büyütülen TiSiN filmler fiziksel buhar kaplama (PVD) yöntemlerinden biri olan sıçratma yöntemiyle büyütülmüştür. Elde edilen kaplamaların yapısal ve mekanik özellikleri SEM, EDS, XRD, 3D yüzey profilometre ve Mikro sertlik, cihazları kullanılarak incelenmiştir. Yapılan çalışmaların sonuçları aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- ✓ Çeşitli Si içerikleri ile (Si: %10,76-14,10-20,03) 52100 çelik üzerine büyütülen filmlerin XRD diyagramlarına bakıldığında TiSiN kaplamalar için $36,71^\circ$ 'lik 2θ açılardaki pikin (112) düzleminde saçılan Ti_2N fazının yoğunluğu yüksek olduğu gözlemlenmiştir. $39,25^\circ$, $43,61^\circ$ 'lik 2θ açılardaki pikler (311), (022) düzlemlerinde $TiSi_2$ fazlarının yoğunluğunun yüksek olduğu tespit edilmiştir. Si miktarı arttıkça pik yoğunluklarında bir miktar azalma gözlemlenmiştir.
- ✓ Si miktarının artmasıyla yüzey pürüzlülüğü sırasıyla S1, S2, S3 kaplamalar için arttığı, A1, A2, A3 kaplamalar için ise azaldığı tespit edilmiştir.
- ✓ Film kalınlıkları Si değeri arttıkça artmıştır. TiSiN filmlerin ölçülen maksimum kalınlık değeri $2,05 \mu m$ olarak belirlenmiş, en düşük kalınlık değeri ise $1,63 \mu m$ olarak ölçülmüştür.
- ✓ EDS analizleri sonucunda Si oranı artışı Ti oranının azalışına neden olmuştur, ancak N oranında düzenli bir artış veya azalış söz konusu değildir.
- ✓ Büyütülen TiSiN filminin mikro sertlik değerlerinde en yüksek değeri S3 filmin'de $618 HV_{0,1}$ olarak, en düşük sertlik değeri A1 filmin'de $349 HV_{0,1}$ olarak tespit edilmiştir.
- ✓ Bütün numuneler karşılaştırıldığında en düşük sürtünme katsayısının A1 filminde sürtünme katsayısı 0.52 olarak belirlenmiştir, en yüksek olarak S3 filminde sürtünme katsayısı 0,68 olarak tespit edilmiştir.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Sonraki çalışmalarda Si oranının TiSiN filmlerdeki mekanik ve tribolojik özelliklere etkisinin daha kapsamlı bir şekilde tanımlanması için Si oranı değerlerinin daha düşük ve daha yüksek olduğu yeni filmlerin üretilmesi önerilmektedir. Tribolojik özelliklerin farklı aşınma ortamlarında testler yapılarak daha detaylı ve kapsamlı bir şekilde tespit edilmesi endüstriyel uygulamalar açısından daha iyi olacaktır.



KAYNAKLAR

- Akhter, R., Zhou, Z., Xie, Z., Munroe, P. 2021. Influence of substrate bias on the scratch, wear and indentation response of TiSiN nanocomposite coatings. *Surface and Coatings Technology*, 425, 127687.
- Arnell, R.D., Kelly, P. J. 1999. Recent advances in magnetron sputtering. *Surface & Coatings Technology*, 112(1-3), 170-176.
- Balasubramanian, S., Ramadoss, A., Kobayashi, A., Muthirulandi, J. 2012. Nanocomposite Ti–Si–N coatings deposited by reactive dc magnetron sputtering for biomedical applications. *Journal of the American Ceramic Society*, 95(9), 2746-2752.
- Bartolomeu, F., Buciumeanu, M., Pinto, E., Alves, N., Silva, F. S., Carvalho, O., Miranda, G. 2017. Wear behavior of Ti6Al4V biomedical alloys processed by selective laser melting, hot pressing and conventional casting. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 27(4), 829-838.
- Berger, M. 2001. Development and Tribological Characterisation of Magnetron Sputtered TiB₂ and Cr/CrN Coatings. Ph D. Thesis, Uppsala University, Department of Materials Science, The Ångström Laboratory, Sweden
- Bhushan, B., Gupta, K. B. 1991. *Handbook of Tribology: materials, coatings and surface treatments*, USA, 1140
- Bunshah, R. F., Juntz, R. S. 1972. Influence of Ion-Bombardment on Microstructure of Thick Deposits Produced by High Rate Physical Vapor-Deposition Processes. *Journal of Vacuum Science & Technology*, 9(6), 1404.
- Chang, C. L., Chen, W. C., Tsai, P. C., Ho, W. Y., Wang, D. Y. 2007. Characteristics and performance of TiSiN/TiAlN multilayers coating synthesized by cathodic arc plasma evaporation. *Surface and Coatings Technology*, 202(4-7), 987-992.
- Cheng, Y. H., Browne, T., Heckerman, B., Meletis, E. I. 2010. Mechanical and tribological properties of nanocomposite TiSiN coatings. *Surface and Coatings Technology*, 204(14), 2123-2129.
- Li, C., Wang, L., Shang, L., Cao, X., Zhang, G., Yu, Y., Li, W., Zhang, S., Hu, H. 2021. Mechanical and high-temperature tribological properties of CrAlN/TiSiN multilayer coating deposited by PVD. *Ceramics International*, 47(20), 29285-29294.
- Cicek, H., Efeoglu, I. 2016. Fatigue and adhesion properties of martensite and austenite phases of TiNi shape memory thin films deposited by magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, 308, 174-181.

- Çalışkan, H., Kurbanoglu, C., Panjan, P., Čekada, M., Kramar, D. 2013. Wear behavior and cutting performance of nanostructured hard coatings on cemented carbide cutting tools in hard milling. *Tribology International*, 62, 215-222.
- Geetha, M., Singh, A. K., Asokamani, R., Gogia, A. K. 2009. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants—a review. *Progress in Materials Science*, 54(3), 397-425.
- Mitterer, C., Holler, F., Üstel, F., Heim, D. 2000. Application of hard coatings in aluminum die casting-soldering, erosion and thermal fatigue behaviour, *Surface and Coatings Technology*, 125, 233-239.
- Movassagh-Alanagh, F., Abdollah-Zadeh, A., Aliofkhazraei, M., Abedi, M. 2017. Improving the wear and corrosion resistance of Ti–6Al–4V alloy by deposition of TiSiN nanocomposite coating with pulsed-DC PACVD. *Wear*, 390, 93-103.
- Musil, J., Kadlec, S., Vyskocil, S., Poulek, V. 1989. Reactive deposition of hard coatings, *Surface and Coatings Technology*, 39, 301-314
- Navarro-Devia, J. H., Amaya, C., Caicedo, J. C., Aperador, W. 2017. Performance evaluation of HSS cutting tool coated with hafnium and vanadium nitride multilayers, by temperature measurement and surface inspection, on machining AISI 1020 steel. *Surface and Coatings Technology*, 332, 484-493.
- Procházka, J., Karvánková, P., Vepřek-Heijman, M. G., Vepřek, S. 2004. Conditions required for achieving superhardness of ≥ 45 GPa in nc-TiN/a-Si₃N₄ nanocomposites. *Materials Science and Engineering: A*, 384(1-2), 102-116.
- Rahman, M. K., Nemouchi, F., Chevolleau, T., Gergaud, P., Yckache, K. 2017. Ni and Ti silicide oxidation for CMOS applications investigated by XRD, XPS and FPP. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 71, 470-476.
- Sarkar, J. 2010. *Sputtering Materials for VLSI and Thin Film Devices*. William Andrew, 603, USA.
- Seshan, K. 2002. *Handbook of Thin-Film Deposition Processes and Techniques*. Noyes Publications, 72, USA.
- 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.
- Wan, Q., Yang, B., Chen, Y. M., Cai, Y., Liu, Y., Meng, L., Gao, D. X. 2018. Effect of bilayer period on microstructure and mechanical properties of TiSiN/TiN coatings. *Materialia*, 3, 260-264.
- Wendler, B. G., Pawlak, W. 2008. Low friction and wear resistant coating systems on Ti6Al4V alloy. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 26(2), 207-210.

- Yu, D., Wang, C., Cheng, X., Zhang, F. 2009. Microstructure and properties of TiAlSiN coatings prepared by hybrid PVD technology. *Thin Solid Films*, 517(17), 4950-4955.
- Yuan, Y., Qin, Z., Yu, D., Wang, C., Sui, J., Lin, H., Wang, Q. 2017. Relationship of microstructure, mechanical properties and hardened steel cutting performance of TiSiN-based nanocomposite coated tool. *Journal of Manufacturing Processes*, 28, 399-409.
- Zhang, R. F., Veprek, S. 2006. On the spinodal nature of the phase segregation and formation of stable nanostructure in the Ti–Si–N system. *Materials Science and Engineering: A*, 424(1-2), 128-137.

