

**FARKLI TRİBOTEST ORTAMLARINDA
CrN/AIN ÇOK TABAKALI KAPLAMALARIN
TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN
ARAŞTIRILMASI**

Abdurrahman Kadir AKSAKALLI

**Y. Lisans Tezi
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU
2012
Her Hakkı Saklıdır**

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Y. LİSANS TEZİ

FARKLI TRİBOTEST ORTAMLARINDA
CrN/AlN ÇOK TABAKALI KAPLAMALARIN
TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Abdurrahman Kadir AKSAKALLI

MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ERZURUM

2012

Her hakkı saklıdır



T.C.
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



TEZ ONAY FORMU

FARKLI TRİBOTEST ORTAMLARINDA CrN/AIN ÇOK TABAKALI
KAPLAMALARIN TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU danışmanlığında, Abdurrahman Kadir AKSAKALLI tarafından hazırlanan bu çalışma 03/ 02/ 2012 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak ~~oybirliği/oy çokluğu~~ (.../...) ile kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

İmza :

Üye : Prof. Dr. Yaşar TOTİK

İmza :

Üye : Doç. Dr. Ersin ARSLAN

İmza :

Yukarıdaki sonucu onaylıyorum

Enstitü Müdürü

Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

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

ÖZET

Y. Lisans Tezi

FARKLI TRİBOTEST ORTAMLARINDA CrN/AlN ÇOK TABAKALI KAPLAMALARIN TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Abdurrahman Kadir AKSAKALLI

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

TiN, CrN, AlN ve DLC gibi tek tabakalı sert kaplamalar yüksek sertlik ve düşük sürtünme katsayısı sergilerler, bu sebeple bu kaplamalar makine parçalarının aşınma, oksidasyon ve korozyon direncini iyileştirmek için kullanılırlar. Özellikle CrN filmler endüstrinin çeşitli dallarında iyi mekanik performans, termal özellikler ve anti-oksidasyon davranışı gösterirler. Son yıllarda geçiş metal nitrür filmlerin iki türünün birleşimi ile elde edilen çok tabakalı kaplamalar üzerinde araştırma yapılmaktadır. Bu kaplamalar tek tabakalı nitrür kaplamalar ile karşılaştırıldığında, çok iyi sertlik, adezyon ve aşınma direnci gibi mekanik ve kimyasal özellikler sergilemektedirler. Bu çalışmada, Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma (CFUBMS) yöntemi kullanılarak, D2 takım çeliği taban malzemeler üzerine çok tabakalı CrN/AlN filmler kaplanmıştır. Çok tabakalı filmlerin yapısal ve mekanik özellikleri XRD, SEM, EDS ve nanosertlik cihazları kullanılarak analiz edilmiştir. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin tribolojik özellikleri farklı test ortamlarında (nemli hava, kuru azot ve saf su) pin-on-disk tribotest sistemi kullanılarak belirlenmiştir.

Çalışma sonucunda çok tabakalı CrN/AlN filmlerde süper kafes CrN(200) ve AlN(200) fazları elde edildi. Cr hedef akımının artması ile kaplamaların sertlik ve elastisite modülü değerlerinin artış gösterdiği tesbit edildi. Süper kafes filmlerin farklı ortamlarda yapılan aşınma deneyleri sonucunda sürtünme ve aşınma davranışları birbirine paralel olarak değişti. En yüksek sertlik değerlerinde en düşük sürtünme katsayısı ve aşınma oranları elde edildi. Farklı ortamlardaki sürtünme katsayıları ve aşınma oranları azalan değerlere göre kuru azot, nemli hava ve saf su ortamlarında gerçekleşti.

2012, 103 sayfa

Anahtar Kelimeler: Manyetik alanda sıçratma, CrN/AlN çok tabaka, Sürtünme, Aşınma

ABSTRACT

MS Thesis

RESEARCH ON TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF CrN/AlN MULTILAYER COATINGS AT THE DIFFERENT TRIBOTEST CONDITIONS

Abdurrahman Kadir AKSAKALLI

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

Supervisor: Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU

The single layer hard coatings such as TiN, CrN, AlN and DLC coatings exhibit high hardness and low friction coefficient, therefore these coatings were used to improve wear, oxidation and corrosion resistance of machine parts. Specifically, CrN films demonstrate good mechanical performance, thermal properties and anti-oxidation behavior at the various kinds of industries. Multilayer coatings composed of two kinds of transition nitride films have been investigated in recent years, these coatings have been exhibit superior mechanical and chemical properties, such as hardness, adhesion and wear resistance, when compared to single layer nitride coatings. In this study, multilayer CrN/AlN films were deposited on D2 steel substrates and silicon wafers by Closed-Field Unbalanced Magnetron Sputtering (CFUBMS). The structural and mechanical properties of these films were analyzed by using XRD, SEM, EDS and nanohardness tester. The tribological properties of CrN/AlN multilayer coatings were determined by using a pin-on-disc tribometer at different test conditions (humid air, dry nitrogen and distilled water).

As a result of study, super-lattice CrN(200) and AlN(200) phases were obtained in multilayer CrN/AlN films. It is determined that the hardness and elastic modulus of the coatings were increased with the increasing Cr target current. As a result of wear tests of super-lattice films made in different environments, friction and wear behaviors have been changed in parallel to each other. The lowest friction coefficient and wear rates have been obtained with the highest hardness values. Friction coefficients and wear rates for the dry nitrogen, humid air and pure water environments have been obtained to decrease respectively.

2012, 103 pages

Keywords: Magnetron sputtering, CrN/AlN multilayer coating, Friction, Wear

TEŞEKKÜR

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

Çalışmalarım sırasında benden yardımlarını esirgemeyen Sayın Prof. Dr. Yaşar TOTİK'e, Sayın Doç. Dr. Ersin ARSLAN'a, Sayın Yrd. Doç. Dr. Ferhat BÜLBÜL'e, Sayın Yrd. Doç. Dr. Özlem BARAN'a, Sayın Arş. Gör. Ebru Emine DEMİRCİ'ye, Sayın Kaan KURUCU'ya, Erciyes Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümüne, Karadeniz Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümüne ve Atatürk Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümüne şükranlarımı sunarım.

Ayrıca bana her zaman maddi ve manevi destek veren aileme teşekkür ederim.

Abdurrahman Kadir AKSAKALLI

Ocak 2012

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
SİMGELER DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER	8
2.1. Sert Kaplamalar.....	8
2.1.1. CrN'nin yapısı ve özellikleri.....	11
2.1.2. AlN'nin yapısı ve özellikleri	13
2.2. Çok Tabakalı (Multilayer) Kaplamalar	17
2.2.1. CrN/AlN çok tabakalı (multilayer) kaplamalar	22
2.3. Kaplama Yöntemi	36
2.3.1. Sıçratmaya dayalı teknikler	37
2.3.2. Manyetik alan sistemleri	39
2.3.3. Dengesiz manyetik alan sistemleri	40
2.3.4. Kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma (CFUBMS)	42
3. MATERYAL ve YÖNTEM	45
3.1. Materyal	45
3.2. Kaplama	46
3.3. Yapısal Özelliklerin İncelenmesi	49
3.3.1. Optik mikroskop ve SEM çalışmaları	49
3.3.2. XRD çalışmaları	51
3.3.3. EDS çalışmaları	52
3.4. Mekanik Özelliklerin İncelenmesi	53
3.4.1. Nano sertlik ölçümleri	53
3.5. Tribolojik özelliklerin incelenmesi	55
3.5.1. Aşınma testi	55

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	59
4.1. Filmin Yapısal Özellikleri	59
4.1.1. Film yapısı (morfoloji) ve kalınlıkları	59
4.1.2. XRD sonuçları	65
4.1.3. EDS sonuçları	70
4.2. Filmin Mekanik Özellikleri	73
4.2.1. Nano sertlik sonuçları	73
4.3. Filmin Tribolojik Özellikleri	77
4.3.1. Aşınma deney sonuçları	77
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	92
5.1. Sonuçlar	92
5.2. Öneriler	96
KAYNAKLAR	98
ÖZGEÇMİŞ	104

SİMGELER DİZİNİ

A	Amper, Akım Birimi
A°	Angström
Al h.a	Alüminyum hedef akımı
E	On üzeri
eV	Elektro Volt
Λ	Çift Tabaka Kalınlığı
λ	Dalga boyu
μ	Sürtünme Katsayısı
θ	Kırınım Açısı
Cr h.a	Krom hedef akımı
Ç.b	Çalışma basıncı
K	Aşınma Katsayısı ya da Oranı
Ra	Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü
V	Volt, Gerilim Birimi

Kısaltmalar

at.	Atomic, Atomca
cps	Saniyede Alınan X ışıını Sayısı
CVD	Kimyasal Buhar Kaplama
CFUBMS	Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma
DC	Doğru akım
EDS	Enerji Dağılım Spektrometre
GPa	Gigapascal, Sertlik Birimi
PVD	Fiziksel Buhar Kaplama
SEM	Taramalı Elektron Mikroskop
Torr	Torr, Basınc Birimi
XRD	X Işını Kırınım Ölçer
wt.	Weight, Ağırlıkça

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Yüzey mühendisliğinde kullanılan metotlar	2
Şekil 2.1. Çok fazlı kaplamalarda, ara yüzeylerde ve taban malzeme kaplama ara yüzeyinde görülen farklı oluşumlar	10
Şekil 2.2. CrN 'ün kristal kafes yapısı	13
Şekil 2.3. Alüminyum ve hcp-AlN'ün kristal kafes yapıları ve kayma düzlemleri	16
Şekil 2.4. AlN 'ün kristal kafes yapılarının görünümü	16
Şekil 2.5. Holleck and Schier (1995)'e göre çok tabakalı seramik kaplamalarda sertleştirme ve güçlendirme mekanizmaları şematik gösterimi	21
Şekil 2.6. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin süper kafes oluşumu şematik resmi	26
Şekil 2.7. İkili AlN, CrN ve üçlü CrAlN bileşiklerin Toplam enerji ve Ortalama atom hacmi arasındaki ilişkiye göre oluşan kafes sistemleri	28
Şekil 2.8. Sıçratma Sistemi	38
Şekil 2.9. Dairesel düzenli manyetik alan	39
Şekil 2.10. Mıknatıslı katot önünde dengesiz manyetik alanın oluşumu	41
Şekil 2.11. Çiftli manyetik alan sistemlerinde manyetik alan düzeni (a- Ayna görüntüsü, b- Kapalı alan)	42
Şekil 2.12. CFUBMS sisteminin şematik görünümü	43
Şekil 3.1. Kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma sistemi (CFUBMS)	46
Şekil 3.2. Teer Coating Ltd. tarafından üretilen kaplama cihazı	47
Şekil 3.3. Optik mikroskop	50
Şekil 3.4. Taramalı elektron mikroskop (Jeol 6400-SEM)	50
Şekil 3.5. X ışını kırınım ölçer	51
Şekil 3.6. Taramalı elektron mikroskop (Carl Zeiss Evo-40 SEM with EDX)	52
Şekil 3.7. Nano sertlik cihazı	54
Şekil 3.8. Nano sertlik ölçümlerinde elde edilen örnek yük-iz derinliği grafiği	54
Şekil 3.9. Teer POD-2 pin-on-disc cihazı	56
Şekil 3.10. Aşınma deneylerinde kullanılan pin-on-disk cihazının önden ve üstten şematik görünüşü	56

Şekil 3.11. Tribo-test sonrası örnek aşınmış bölge yüzey profili	58
Şekil 3.12. Mahr yüzey profilometre cihazı	58
Şekil 4.1. CrN/AlN çok tabakalı filmlere ait örnek (R2) SEM mikroyapı Görüntüsü	60
Şekil 4.2. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin kalınlıkları	60
Şekil 4.3. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülen CrN/AlN çok tabakalı filmlerin SEM görüntüleri ve kaplama kalınlıkları	61
Şekil 4.4. Sabit bias değerlerinde (-50V, -100V, -150V) yapılan deney şartlarında çalışma basıncı-film kalınlığı ilişkisi	64
Şekil 4.5. (-150 V) Sabit bias değerinde yapılan deney şartlarında Cr hedef akımı-film kalınlığı ilişkisi	64
Şekil 4.6. (0,27 Pa) Sabit çalışma basıncında yapılan deney şartlarında Cr ve Al hedef akımı-film kalınlığı ilişkisi	65
Şekil 4.7. Farklı 9 kaplama şartında üretilen CrN/AlN çok tabakalı filmlerin XRD grafikleri	66
Şekil 4.8. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülen CrN/AlN çok tabakalı filmlerin Cr hedef akımı-sertlik-yönlenme ilişkileri ve belirgin süper kafes yönelmeleri	69
Şekil 4.9. R8 deney şartlarında üretilen CrN/AlN çok tabakalı filmin EDS spektrumu ve analizi yapılan bölgenin kesit görüntüsü	72
Şekil 4.10. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan CrN/AlN filmlerin sertlik ve elastisite modülü ilişkisi	74
Şekil 4.11. Çok tabakalı CrN/AlN filmlerin artan Cr hedef akımına göre değişen sertlik ve elastisite modülü değerleri	76
Şekil 4.12. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan CrN/AlN Filmlerin Sürtünme Katsayısı-Zaman Grafikleri	80
Şekil 4.13. R8 deney şartlarında büyütülmüş olan CrN/AlN filmlerin nemli hava, kuru azot ve saf su ortamlarında yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen aşınma profilleri	81
Şekil 4.14. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan CrN/AlN filmlerin sürtünme katsayısı ve Aşınma oranları ilişkisi	82

Şekil 4.15. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan CrN/AlN filmlerin artan sertliğe göre plastik deformasyon direnci ilişkisi	83
Şekil 4.16. Farklı kaplama şartlarında büyütülmüş olan nemli hava, kuru azot ve saf su ortamlarında yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen örnek aşınma profilleri	85
Şekil 4.17. Nemli hava, kuru azot ve saf su ortamlarında yapılan aşınma deneylerinde kullanılan pinlerin SEM görüntü örnekleri	86
Şekil 4.18. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sertlik ve sürtünme katsayıları değerlerinin Cr hedef akımına göre değişimi	87
Şekil 4.19. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sürtünme katsayıları ve aşınma oranlarının Cr hedef akımına göre değişimi	88
Şekil 4.20. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sertlik ve sürtünme katsayıları değerlerinin Al hedef akımına göre değişimi	88
Şekil 4.21. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sertlik ve sürtünme katsayıları değerlerinin taban malzemeye uygulanan bias değerlerine göre değişimi	89
Şekil 4.22. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sertlik ve sürtünme katsayıları değerlerinin çalışma basıncı değerlerine göre değişimi	90
Şekil 4.23. Aşınma profillerinin örnek görüntüleri	90

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. CrN ve AlN kaplamalarının genel özellikleri	15
Çizelge 2.2. Tek tabakalı CrN, AlN ve çok tabakalı CrN/AlN filmlerin mekanik ve tribolojik değerlerinin karşılaştırılması	24
Çizelge 3.1. AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin (wt.%) kimyasal bileşimleri	45
Çizelge 3.2. Çok tabakalı CrN/AlN filmlerin şematik kaplama düzeneği	47
Çizelge 3.3. Kaplama parametreleri	48
Çizelge 3.4. Sürtünme ve aşınma deney parametreleri	55
Çizelge 4.1. CrN/AlN çok tabakalı ince filmlerin EDS analiz sonuçları	70
Çizelge 4.2. CrN/AlN çok tabakalı ince filmlerin Cr ve Al hedef akımına göre değişen Cr/Al (at.%) ve Cr/Al (wt.%) Oranları	71
Çizelge 4.3. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin Al ve Cr hedef akımlarının değişimine göre sertlik ve elastisite modülü arasındaki ilişki	74
Çizelge 4.4. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan çok tabakalı CrN/AlN filmlerin sertlik, kaplama kalınlıkları, yüzey pürüzlülükleri ve üç farklı ortamda yapılan aşınma deneylerinde elde edilen sürtünme katsayıları ile aşınma oranları	78

1. GİRİŞ

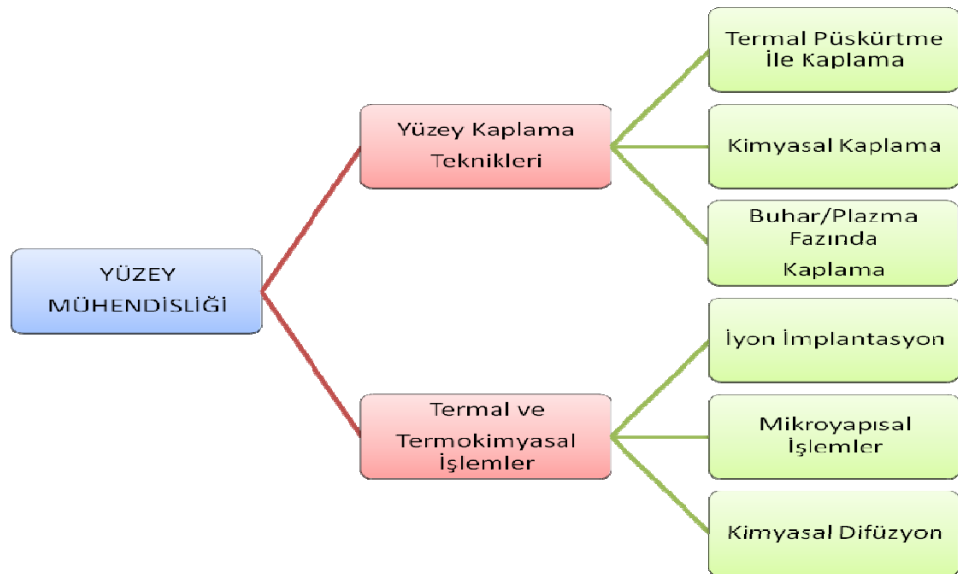
Makine ve takım endüstrisi alanında öne çıkan sorunlardan biri sürtünme ve aşınmadır. Çalışan makine elemanları arasında, kesici ve delici takımlarda, kesme ve işleme araçlarında yıllardır sürtünme ve aşınma nedeniyle önemli ölçüde malzeme, iş gücü ve ekonomik kayıplar olmaktadır. Bu sorunun çözümünde, tasarım ve üretim şirketlerini ve bilim insanlarını sürtünme ve aşınmadan doğan kayıpları en aza indirme yolunda çalışmalara itmiştir. Aslında bu çalışmaların asıl amacı çok iyi tribolojik performans sergileyen sürtünme ve aşınmaya maruz kalan makine elemanlarıdır. Doğal çalışma şartlarında sürtünme, aşınma ve korozyon gibi istenmeyen durumlara maruz kalan bir makine elemanının dayanım ve ömrünün artırılması uygun malzeme seçimiyle, yağlama sistemiyle veya uygun bir yüzey işleminde mümkündür. Özellikle uygun seçilen yüzey işlemleri tasarım ve malzeme seçiminde sürtünme ve aşınmayı kontrol edici etki ortaya koymaktadır (Bhushan and Gupta 1991).

Kayma ve yuvarlanma yüzeylerinin kullanıldığı modern makinelerde ve talaşlı imalat alanında triboloji hayati önem taşımaktadır. Bazı tahminlere göre; sürtünme ve aşınmanın dikkate alınmamasından kaynaklanan kayıplara bakıldığında, özellikle makinelerde kullanılan soğutma yağları, Amerika'da 2006 yılında ortalama on iki milyon tonu aştığı tespit edilmiştir. Bu şekilde sürtünmeden meydana gelen zarar ve kayıplar bugün dünyadaki enerji kaynaklarının yaklaşık üçte biridir. Bu veriler bize ekonomik sebepler, uzun süreli koruma ve ciddi çevre sorunların olabileceği hususunda sürtünmenin azaltılması ve aşınma kontrolleri üzerinde çalışmaların yapılması gerektiğini göstermektedir (Kim *et al.* 2006; Baran 2007)

Sürtünme fiziksel olarak birbiri ile temas eden ve izafi hareketi olan iki malzeme arasında doğan bir enerji transferi mekanizması olarak tarif edilebilir. Sürtünme sonucunda ise aşınma oluşur. Temas eden ve harekete başlayan iki malzeme arasında sürtünme ile aşınma aynı anda olmakta ve aşınma parçacıkları sürtünme hadisesine doğrudan etki etmeye başlamaktadır. Aşınma; malzeme özellikleri, çalışma şartları

(yük, hız), kontak geometrisi, yüzey pürüzlülüğü ve ortamdan (yağlayıcı, sıcaklık) oluşan bir sistemin kompleks etkileşimlerinden doğan bir sonuçtur. Bu nedenle uygun yüzey işlemleri ile sürtünme ve aşınma özellikleri iyileştirilebilir (Özmen 2004). Bu tür sürtünme, aşınma ve yağlama konularını inceleyen bilim dalına Triboloji denir (Stachowiak and Batchelor 1993). Triboloji Türkçe’de “sürtünme bilimi” adıyla anılmaktadır.

Son yıllarda yapılan tribolojik çalışmalar sürtünme ve aşınmaya karşı yüzey işlemleri ve kaplama uygulamalarının kullanımını büyük oranda artırmıştır. Yüzey modifikasyonu olarak yüzey kaplama yöntemleri kullanılan metotların başında gelmektedir. Günümüzde kullanılan yüzey modifikasyon teknikleri; yüzey sertliği, aşınma direnci, korozyon/oksidasyon ve yorulma dayanımı artırmak amacıyla kullanılmaktadır (Çelik vd 2002). Yüzey kaplama teknikleri kimyasal kaplamalar, buhar fazında yapılan kaplamalar ve plazma püskürtme olmak üzere üç ana bölüme ayrılmaktadır. Yüzey kaplamalar, taban malzemeden bağımsız olarak malzeme yüzeyine yeterli derecede bağlanan ve bileşim olarak tamamen taban malzemeden farklı ya da taban malzemeden çok az ihtiva eden kaplama malzemesiyle yüzeyde istenilen özellikleri karşılayabilecek yeni tabakalar oluşturmak amacıyla yapılır. Şekil 1.1’de yüzey mühendisliğinin ana hatları verilmiştir.



Şekil 1.1. Yüzey Mühendisliğinde Kullanılan Metotlar

1990'lı yılların başlarına kadar genellikle CVD (Kimyasal Buhar Biriktirme, Chemical Vapor Deposition) yöntemi kullanılmasına rağmen, günümüzde sert ve aşınmaya dirençli kaplamaların üretiminde en çok PVD (Fiziksel buhar biriktirme, Physical Vapor Deposition) yöntemleri kullanılmaktadır (Kunc *et al.* 2003). CVD yönteminde filmin üniform bir yapıya sahip olmasına rağmen, kaplama sıcaklığı yaklaşık 1000°C'ye çıkarken, PVD yönteminde ise 500°C'nin altındadır. Karner *et al.* (1989), Riviere *et al.* (1996) ve Lee *et al.* (2004)'de CVD yönteminin oldukça yüksek taban malzeme sıcaklığı (500°C-1000°C) gerektirdiğini belirtmişlerdir. CVD yöntemindeki gibi yüksek kaplama sıcaklıkları gerektiren ve uygun oransal bileşime sahip olmayan kaplamaların uygulandığı yöntemler, istenilen sonucu vermemektedir. İnce film kaplama tekniklerinden fiziksel buhar biriktirme (PVD) kaplama tekniği; katı haldeki ham maddenin termal buharlaştırma veya sıçratma ile plazma haline getirilerek, kontrollü olarak, kaplanacak malzemenin üzerine transfer edilerek büyütülmesi işlemi olarak özetlenebilir. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) tekniklerinin en büyük avantajı sert metal ve çeliklerin özelliklerini etkilemeden düşük sıcaklıklarda (200°C-500°C) kaplama yapabilmesidir (Cansever 2001). Bu yüzden bu kaplamalar, birçok geleneksel PVD yöntemiyle üretilmektedir. Bunlardan en yaygın olarak kullanılan manyetik alanda sıçratma sistemidir (Mitterer *et al.* 1990; Berger *et al.* 2001; Panich and Sun 2006). PVD yöntemlerinden biri olan dengesiz manyetik alanda sıçratma ise, filmin büyümesi sırasında iyon bombardımanının kontrolü için daha fazla esneklik sunmakta ve kaplama özelliklerinin iyileşmesini sağlamaktadır (Ye *et al.* 2003). PVD genellikle düşük sıcaklıklarda gerçekleştirildiğinden dolayı, geniş bir alanda taban malzeme seçme olanağı sunmaktadır (Chen *et al.* 2001; Lee *et al.* 2004).

Manyetik alanda sıçratma yöntemi, çok tabakalı kaplamalar içinde elverişli bir yöntemdir. Çünkü bu yöntemde kaplama esnasında sıcaklık, film kalınlığı, kaplama oranı ve gazın kimyasal bileşimi gibi kaplama parametrelerinin kontrolü sağlanmaktadır. Çok tabakalı filmlerin büyütülmesinde iki ve daha fazla hedefli sıçratma sistemleri kullanılmaktadır. Zambrano *et al.* (2003)'de, çok tabakalı filmlerin büyütülmesi için çok hedefli sıçratma sistemlerinin zorunlu olduğunu ifade etmişlerdir.

Aşınmaya maruz kalan makine elemanı ve takım malzemelerinin ömrünün artırılması için, bu yapıların yüzeylerine birçok istenen özelliği aynı anda verebilecek (multifunctional) koruyucu kaplamalar büyütülmüştür. Bu kaplamaların birçok tribolojik uygulamada oldukça yüksek sertlik, yüksek kırılma tokluğu, aşınma ve oksidasyon direnci ve düşük sürtünme katsayısı gibi özellikleri bir arada bulundurulması istenir. Bu nedenle, son yıllarda, geçiş elementlerinden elde edilen nitrür esaslı seramik kaplamaların özellikleri, bu yapılara Al, Si, Cr, Ti, V, Mo vs. gibi elementler ilave edilmek suretiyle iyileştirilme yapılmıştır. Ti-Si-C-N, Ti-Si-B-N, Ti-Al-B-N, Ti-Al-C-N, Ti-Al-Si-N ve Ti-Cr-N gibi birçok yeni sert kaplamalar üzerine yoğun olarak çalışmalar yapılmaktadır. Aşınım elementlerinin katılması kaplamanın morfoloji, kimyasal ve faz kompozisyonunu etkiler ve elde edilen yapısal özellikler kaplamaların mekanik, kimyasal ve tribolojik özelliklerini önemli derecede iyileştirirler (Shtansky *et al.* 2005).

Geçiş metallerinin nitrürleri, çok iyi fiziksel ve mekaniksel özelliklerinden dolayı endüstriyel uygulamalarda, mikro-elektronik ve makine mühendisliği gibi çok geniş bir sahada kullanılır hale gelmiştir (Mayrhofer *et al.* 2003). Örneğin birçok kesici takımlarda (matkap uçları vb.) ve işleme tezgahlarında (torna ve freze uçları vb.) titanyum nitrür (TiN) ve krom nitrür (CrN) ile kaplanarak aşınma direnci yükseltilmektedir (Chu and Shen 2008).

TiN, CrN, ZrN gibi geçiş metallerin ikili nitrürleri aşınmaya dayanıklı ve koruyucu sert kaplamalar olarak üretim sanayinde önemli bir rol oynamaktadır. Bu filmler arasında CrN ve TiN en kapsamlı araştırma yapılan kaplamalardır. Bu filmler iyi aşınma ve korozyon direnci, yüksek termal kararlılık gibi üstün özelliklerinden dolayı çeşitli endüstri alanlarında kullanılırlar (Kim *et al.* 2005; Kim *et al.* 2008).

CrN kaplamalar, genellikle metalik malzemelerin şekillendirme takımlarında kullanılan kaplamalardır. Tipik olarak CrN kaplamalar kesme ve işleme araçlarında, basınçlı döküm kalıp yüzeylerinde, takım taşlama ve araç işleme uygulamalarında verimlilik ve takım ömrünü artırmak için yaygın olarak kullanılan yüksek sertliğe sahip

kaplamalardır. CrN kaplamalar, TiN kaplamalara göre daha yüksek oksidasyon direnci ve yüksek tokluk değerleri gösterirler. CrN kaplamalar genel olarak gümüş renkte, 18 ila 27 GPa sertlikte, (700-750)°C termal oksidasyon direncinde ve Ra:0,2µm yüzey pürüzlülüğünde özelliklere sahiptir (Cabrera *et al.* 2011; Kim *et al.* 2003).

Al-alaşımları genel manada soğutucu yapımında, spot ışıklarda, mutfak gereçleri yapımında, hafiflik esas olan araçların yapımında (uçak, bisiklet otomobil motorları, motosikletler v.b) kullanılır. AlN kaplamalar ise kolay soğuyup ısıyı emen bir yapısı olması nedeniyle soğutma sanayinde, yüksek sıcaklıklara maruz kalan makine elemanlarında, kesici ve delici uçlarda (Lin *et al.* 2009a) geniş bir kullanım alanı bulmuştur. AlN ince katı filmler gelişmiş özellikleri (yüksek ısı iletkenliği, iyi oksidasyon ve korozyon direnci, elektrik izolatörü) ve çok yönlü kullanımları sayesinde malzemelerin performansını artıran kaplamalardır. PVD yöntemiyle büyütülen AlN filmler optik, elektronik ve tribolojik uygulamalarda halen kullanılmaktadır (Manova *et al.* 1998; Acosta *et al.* 2007). AlN mat gümüşümsü renkte, 15 ila 22 GPa sertlikte, çok üstün korozyon özelliklerine sahip kaplamalardır (Cabrera *et al.* 2011; Kim *et al.* 2003).

Endüstride son yıllarda sert kaplamaların kimyasal, mekanik ve tribolojik özelliklerinin daha da geliştirilmesi üzerinde durulmaktadır. Bu sebeple ilk olarak tek tabakalı sert kaplamaların özelliklerini iyileştirmek için tek yönlü çok fazlı olan TiAlN (Efeoglu 1993; Bouzakis 1999), TiCrN ve TiCN gibi sert kaplamalar geliştirilmiştir. Daha sonra ise çok katlı kompleks bir yapıya sahip olan CrN/AlN, CrN/NbN, TiN/CrN ve WC/TiAlN gibi kaplamalar farklı taban malzemeler üzerine büyütülmüştür. Çok tabakalı kaplamalardan beklenen mekanik, tribolojik ve kimyasal özellikler tek tabakalı kaplamalara göre daha kolay elde edilebilir. Çok tabakalı kaplamalar belirli sürelerde farklı malzemelerin nanometre boyutunda taban malzeme üzerine sıralı büyütülmesi sonucu oluşurlar. Bu kompleks yapının, sertlik ve kırılma tokluğu gibi mekanik ve kimyasal özelliklerin iyileşmesinde homojen tek tabakalı kaplama ile karşılaştırıldığında daha etkili olduğu anlaşılmıştır. Bu kaplamaların mekanik özelliklerinin iyi olmasının sebebi çok tabakalı kaplamaların tabakalar arasında sınırlı veya engellenmiş dislokasyon hareketlerine dayanmaktadır (Kim *et al.* 2003). Diğer adı

süper kafes kaplamalar olan çok tabakalı kaplamalara TiN/VN, CrN/NbN, TiN/NbN, CrAlYN/CrN gibi geçiş metal nitrürleri örnek verilebilir. Bu örnekler tribolojik açıdan önemli gelişmeler sağlamış ve aşınma direnci iyi uygulamalar ortaya çıkarmıştır. Süper kafes yapıya sahip kaplamaların özellikleri, tek tabakaların faz yapılarına, sayısına ve kalınlığına bağlı olarak değişmektedir (Lin *et al.* 2009a).

Çok tabakalı kaplamaların büyütülmesinde, kaplama yöntemi, malzeme seçimi, tane boyutu, tek tabaka kalınlığı, kaplama parametrelerine bağımlı olan ara yüzey hacmi, yüzey ve ara yüzey enerjisi, doku, kristal büyütmeden kaynaklanan gerilme ve şekil değiştirme gibi etkenler göz önünde bulundurulmalıdır (Bülbül 2006). Zhang *et al.* (2002)'de azalan kristal yapının boyutuyla birlikte sertlik ve dayanımın artırılması için, tane sınırı kaymasının ancak uygun bir kaplama tasarımı ve malzeme seçimiyle sağlanabileceğini belirtmişlerdir. Bu noktadan hareketle, argon/azot atmosferi içerisinde Cr ve Al hedeflerinden yapılan sıçratma ile çok yüksek sertlikte çok tabakalı CrN/AlN çok tabakalı kaplamalar üretilmiştir. Çok tabakalı yapının sertliği artırdığı ve buna bağlı olarak düşük sürtünme ve iyi aşınma direnci sergilediği görülmüştür.

Bası iç gerilimlerinin azaltılması için Setsuara ve arkadaşları ile Prakash ve arkadaşları bir ara tabaka kaplanmasını ön görmüştür (Setsuara *et al.* 1997; Prakash *et al.* 2003). Kim *et al.* (2003)'te birkaç nanometre kalınlığındaki CrN ve AlN tabakalar ile daha sert ve daha düşük iç gerilmeye sahip çok tabakalı kaplama üretmişlerdir. Ara yüzeylerin dislokasyon hareketini engellemesi nedeniyle yüksek sertlik elde edilmiştir.

Tek tabakalı CrN kaplamaların mekanik ve tribolojik özelliklerini iyileştirmek için CrN/AlN çok tabakalı kaplamalar geliştirilmiştir. CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların tribolojik davranışlarının incelenmesinin, kesme ve işleme aletlerinin ömrü ve sürtünmeden kaynaklanan enerji kayıpları göz önüne alındığında çok önemli olduğu anlaşılmaktadır (Kim *et al.* 2003; Kim *et al.* 2008).

CrN/AlN çok tabakalı kaplamalar, genellikle metal alaşımlarını şekillendirme takımlarında, bakır alaşımlarını kesme işleminde, koruyucu kaplama malzemesi olarak (Kim *et al.* 2008), döküm kalıplarında, baskı kalıplarında, kesme aletlerinde ve diğer makine parçalarında kullanılmaktadır. Bu kaplamalar, CrN kaplamalara göre daha yüksek sertliğe, oksidasyon direncine ve tokluk değerlerine sahiptirler (Kim *et al.* 2003).

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Sert Kaplamalar

Mühendislikte kullanılan anlamıyla sert kaplamalar, iyi mekanik ve tribolojik özelliklere sahip yüksek sertlikteki yapılara denmektedir. Bir başka deyişle aşınmaya dirençli ve düşük sürtünmeli kaplamalara denir (Bunshah 2001).

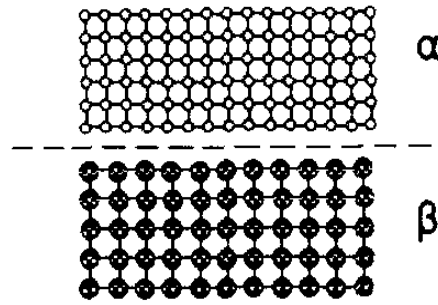
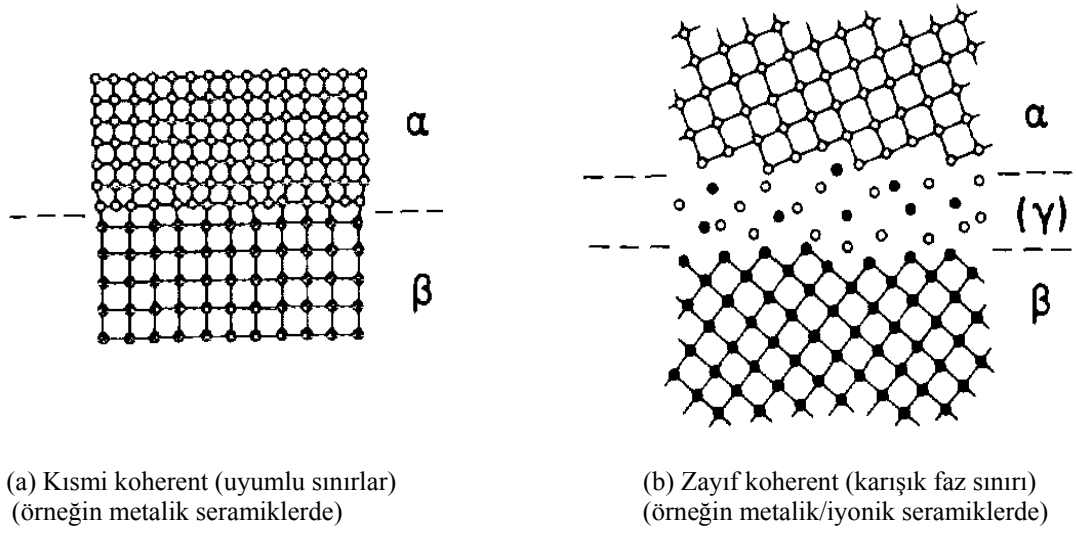
Sert seramik kaplamalar, üzerinde hem bilimsel hem de teknolojik olarak yoğun ilginin odaklandığı konulardan birisidir. Bu kaplamaların geliştirilmesine yönelik hedefler, daha sert ve tok, sürtünme ve aşınma özellikleri daha iyi, işlenmesi ve şekillenmesi zor malzemeleri işleyebilecek ve şekillendirebilecek özellikte, kesme işlemi sırasında kesme sıvısı kullanımı gerektirmeyecek kaplamalar üretilmesi olarak özetlenebilir. Bu amaçlara yönelik olarak, yeni tür sert seramik kaplamaların geliştirilmesi (TiNbN, TiBN, ZrB, ZrBN, MoN, TiCrN, HfN, AlN, Al₂O₃, TiAlBN, elmas benzeri karbon(DLC-Diamond-like Carbon)), var olan kaplama türlerini kullanarak çok tabakalı kaplama uygulamalarının yapılması (TiN-TiAlN, TiAlN-AlN, CrAlN-AlN, CrN-AlN, süper kafes kaplamalar, vb) ve sert kaplamaların üzerine sürtünme özelliklerini geliştirici sert bir tabaka kaplanması (MoS₂, h-BN(hexagonal Bor nitrür) gibi) konularında çalışmalar sürdürülmektedir.

Kaplamaların sertlik, süneklik, elastisite modülü, gözeneklilik, kaplama-taban malzeme arasındaki adezyon gibi mekanik özellikleri, sürtünme ve aşınma performansını etkileyen faktörlerdendir. Artık (iç) gerilmeler, kaplamanın bozunmasına, adezyonun kötüleşmesine, kaplama-film yapısında çatlamaya ve kaplamanın fiziksel ve kimyasal özelliklerinde değişmelere neden olabilir. Diğer taraftan, bası artık gerilmeleri, kaplama sertliğini önemli derecede artırır ve çekmeye karşı direnç sağlar. Bu nedenle, bası gerilmeleri belli dereceye kadar faydalı iken fazla olması durumunda kaplama kırılgan ve gevrek bir yapı oluşturabilir (Bhushan and Gupta 1991).

İyi bir yüzey işlemi sertlik, tokluk, taban malzeme-kaplama ve tabakalar arasında iyi yapışma (adezyon) sağlarken aynı zamanda kaplama yüzeyinin dış ortama karşı kararlı davranışı gibi karmaşık gereksinimleri sağlamalıdır. Çok tabakalı ve fazlı kaplamalar bu konuda en iyi performans sergileyen yapılardır. Bu durumu Holleck yaptığı bir çalışmada bu yapıyı açıklamak için ara yüzeyler arasındaki etkileşimi çözmek gerektiğini söylemiştir. Bu malzemelerin üç farklı olasılıkla (Şekil 2.1) birbirleri arasında etkileşim kurdukları belirtilmektedir (Holleck 1986).

Şekil 2.1’de farklı tabakalar arasında ara yüzeylerin üç farklı şekilde oluşumu görülmektedir. Bunlar kısmi koherent (uyumlu sınırlar) ara yüzeyler, sınır bir faz ile oluşan zayıf koherent (karışık faz sınırı) ara yüzeyler ve birbirleri ile etkileşmeyen (bağımsız) ara yüzeylerdir. Metalik seramikler, metal veya diğer metalik seramikler ile kısmi koherent (uyumlu sınırlar) ya da zayıf koherent (karışık faz sınırı) ara yüzeyler oluşturabilir. Böylece en uygun (optimum) yapışma ile düşük enerjili ara yüzeyler elde edilebilir (örneğin CrN/TiAlN). Genelde, metalik ve iyonik seramiklerin birbirleriyle oluşturdukları ara yüzeyler, farklı bileşimlere sahip ara bölgeler gösterirler (örneğin CrN/Al₂O₃). Bu davranış, büyük ölçüde sınır fazın bileşimine ve yapısına bağlıdır. Kovalent bağıyla bağlanmış seramiklerin (örneğin AlN ya da c-BN(kübik Bor nitrür)) oluşturdukları ara yüzeylerin, fazlar arasındaki kötü yapışmanın (adezyonunun) neticesinde, tam olarak etkileşime girmeyen bir yapı sergilediği not edilmektedir. Bunun neticesinde metalik sert malzemelerden oluşturulacak en uygun yapı çok fazlı ve tabakalı sert kaplamalar olduğu görülmektedir. İyonik (seramik) sert malzemeler özellikle fazlar arasında düşük etkileşim ve yüksek kararlılıklarından dolayı korozyon özellikleri iyi kaplamalar için uygundur. En iyi aşınma direnci gösteren yapılar ise çok fazlı veya çok tabakalı kaplamalar ile elde edilebilir (Holleck 1986).

Çok tabakalı kaplama teknolojisinde tabakalar arasında, yeter derecede bağlanmayı sağlayacak tabakalar (TiN ve CrN, Al₂O₃ ve AlN gibi) ya da kısmi koherent (birbirine iyi tutunan) ara yüzeyler (TiC ya da TiN ve TiB₂) oluşturmak mümkündür.



(c) Etkileşim olmayan faz sınırları (örneğin kovalent seramiklerde)

Şekil 2.1. Çok tabakalı kaplamalarda, tabakalar arası ve taban malzeme kaplama ara yüzeyinde görülen farklı oluşumlar (Holleck 1986)

Örneğin çok tabaka ile kaplanmış takım parçaları, tek tabaka ile kaplanmış malzemelerden çok daha iyi performans göstermektedir. Ayrıca, ara yüzeylerin aşınma davranışındaki rolü, tek fazlı ve çift fazlı (ya da çok fazlı) malzemelere yapılan abrazyon testler neticesinde açık bir şekilde görülmüştür. Yine Holleck yaptığı çalışmasında, yüksek abrazyon direncinin sadece yüksek sertlikten olmadığını ifade etmiştir. Çalışmasında B_4C çok yüksek sertliğe sahip bir malzeme olmasına rağmen, düşük sertliğe sahip B_4C içeren kompozit bir malzemenin abrazyon direncinin B_4C 'ye göre 3

kat daha fazla olduđu görülmüştür. Bu görüş çok tabakalı kaplamaların tribolojik performans için faydalı olduğunu göstermiştir (Holleck 1986).

Geçiş metallerin nitrürleri aşınma ve korozyona karşı gösterdiği direncin yanında, bütünleşmiş (entegre) devrelerde ve süper iletken cihazlarda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Örneğin TiN, TiCN, TiAlN, CrN, ZrN, TiZrN, TiCrN, HfN, c-BN ve Si₃N₄ gibi nitrürler çok yüksek aşınma direncine sahip malzemelerdir. Günümüzde bu sert nitrür kaplamalar farklı yüzey kaplama yöntemleri ile üretilmektedirler. Bu kaplamalar genellikle termal plazma, fiziksel buhar kaplama (PVD) ve kimyasal buhar kaplama (CVD) yöntemleri ile üretilirler. Bu yöntemler bileşim ve sertliği optimize ederek istenen performansı ve özellikleri elde etmede önemli derecede esneklik sağlarlar. Son yıllarda sert kaplamaları elde etmek için bu yöntemlerden genellikle PVD yöntemi kullanılmaktadır. PVD yöntemlerinden en yaygın kullanılanı ise filmin büyümesi sırasında iyon bombardımanının kontrolü için esneklik ve kaplama özelliklerinin kontrol edilmesini sağlayan manyetik alanda sıçratma yöntemidir. PVD yöntemi, genellikle düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilen bir yöntem olduğundan dolayı geniş bir alanda taban malzeme seçme olanağı sunar.

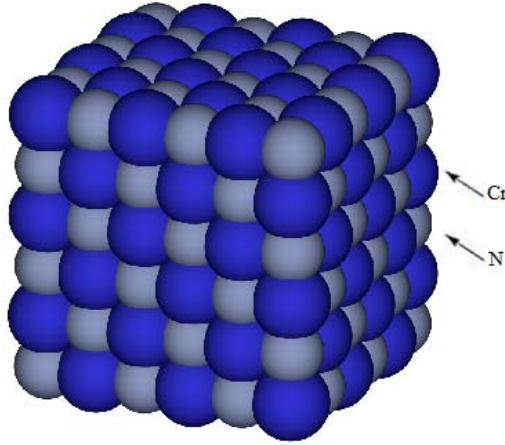
2.1.1. CrN'nin yapısı ve özellikleri

Krom elementi periyodik tabloda 24. sırada bir geçiş metalidir. Krom doğada +3 yüklüdür, indirgenme reaksiyonuyla +6 değerlik alır. Kromun kristal kafes yapısı HMK (hacim merkezli kübik) tir. Kromun çok sert ve erime noktasının 1857°C olması nedeniyle, metallere sertlik sağlanması ve zırhlı araç yapımında kullanılır. Ayrıca krom, paslanmaz çeliklerin mukavemetini artırmakla birlikte, korozyona, aşınmaya ve yüksek sıcaklıklara karşı direncini iyileştiren bir alaşım elementidir. Refrakter olarak çok geniş kullanıma sahip olan krom cevheri, kimya endüstrisinde, renk maddesi, deri tabaklama işleminde ve kuru pil imal edilmesinde kullanılır.

Özellikle Cr elementinin nitrürleri aşınma etkileri altında çalışan endüstriyel makinelerde 700°C'nin üzerindeki çalışma sıcaklıklarında stabilitesini kaybetmezler. CrN kaplamaların kimyasal stabilitesi TiN kaplamadan daha yüksektir, asidik ve bazik ortamlarda kesinlikle çözülme göstermezler. CrN tabakaları aşınmaya karşı yüksek mukavemet gösterdiklerinden ve kalın kaplanabildiklerinden TiN kaplamalara göre daha iyi korozyon mukavemeti gösterirler (Musil *et al.* 1989; Bhushan and Gupta 1991; Mitterer *et al.* 2000; Stoiber *et al.* 2001; Kim *et al.* 2005).

İlk nesil tek katlı sert kaplamalardan olan CrN kaplamalar yüksek hız çeliği ve sementit karbüre göre daha yüksek sertlik, düşük sürtünme katsayısı, yüksek korozyon direnci, yüksek oksitlenme direnci ve düşük termal iletkenlik gösteren tipik bir koruyucu kaplama olarak kullanılmaktadır. Özellikle, CrN kaplamaların termal kararlılığı yoğun araştırmalara konu olmuştur. Bu araştırmalarda, CrN filmlerin 700°C'nin üstündeki sıcaklıklarda oksitlenmenin başladığı ve filmde azot azalması ile birlikte Cr₂O₃ fazının oluştuğu gözlenmiştir. PVD yöntemiyle üretilen TiN ve CrN'nin oksitlenme hızının karşılaştırması sonucu TiN'in oksitlenme hızı, CrN'den iki kat daha hızlı olduğu rapor edilmiştir (Kim *et al.* 2003, Kim and Lee 2006; Kim *et al.* 2008; Lin *et al.* 2009a).

Mükemmel kimyasal kararlılığa ve çok iyi yüzey özelliklerine sahip olan CrN kaplamalar, fiziksel ve kimyasal aşındırıcıların mevcut olduğu metal ve plastik enjeksiyon kalıplarında, döküm kalıplarında, kağıt, PVC ve kesme ağaç bıçaklarında kalıp ömrünü prosese bağlı olarak 4-15 kat artırmaktadır. Ayrıca çok düzgün ve kararlı yapıya sahip olması sebebiyle sıvama ve derin çekme kalıplarında, hem kalıbın ömrünü 15-40 kat artırmakta hem de iş parçasının yüzey kalitesini düzeltmektedir (Tasçı 2000). Çizelge 2.1'de CrN ve AlN kaplamalarının genel özellikleri (Tasçı 2000) ve Şekil 2.2'de CrN kaplamaların kristal kafes yapısı görülmektedir. CrN kaplamaların kafes yapısı NaCl tipi yüzey merkezli kübik (ymk) yapıdadır (Lin *et al.* 2009b).



Şekil 2.2. CrN 'ün kristal kafes yapısı (NaCl tipi ymk)

2.1.2. AlN'nin yapısı ve özellikleri

Alüminyum elementi periyodik tabloda 13. sırada bir ara geçiş metalidir. Alüminyum doğada +3 yüklüdür, yükseltgenme reaksiyonuyla +3 değerlik alır. Alüminyum kristal kafes yapısı YMK (yüzey merkezli kübik) tir. Alüminyum, yumuşak ve hafif bir metal olup mat gümüşümsü renktedir. Yoğunluğu çeliğin veya bakırın yaklaşık üçte biri kadardır. Kolaylıkla dövülebilir, makinede işlenebilir ve döküm yapılabilir. Çok üstün korozyon özelliklerine sahip olması, üzerinde oluşan oksit tabakasının koruyucu olmasındandır. Endüstrinin pek çok alanında binlerce farklı ürünün yapımında kullanılmakta olup, dünya ekonomisi içinde çok önemli bir yeri vardır.

Alüminyumla karşılaştırıldığında, yüksek korozyon direnci, ısı iletkenlik, aşınma direnci ve sertlik yönünden üstün Alüminyum nitrürün (AlN) ilgi çeken özellikleri, ileri teknoloji uygulamaları için çok çekici hal almaktadır. Bugün, alüminyum alaşımlarından üretilen parçaların tüm kesit boyunca olmasa da, plazma ortamında dış yüzeylerinde nitrür (AlN) veya oksit (Al_2O_3) yüzey tabakaları oluşturularak yüzey özelliklerinin geliştirilebileceği görülmüştür. Günümüzde, AlN'den yapılan ürünlerin çoğu, sinterlenerek toz metalürjisi teknolojisi ile üretilmektedir. Son zamanlarda, PVD, CVD gibi ince film kaplama teknikleri ile ve plazma iyon aşılama gibi vakum

teknolojileri de AlN film sentezleme için kullanılmaktadır (Oliveira *et al.* 2004; Figueroa *et al.* 2004; Yıldızlı 2008)

Termal iletkenlik, direnç ve ısı dayanımının kombinasyonu alüminyum nitrürü çok faydalı bir mühendislik seramiği yapar. Alüminyum nitrür NaCl tipi YMK (yüzey merkezli kübik) veya ZnS (Vürtzit) tipi HSD (hekzagonal sıkı düzen) kristal kafes yapılarına sahip kovalent bağlı bir bileşiktir. Alüminyum nitrürün havada yüzey oksitlenmesi 700°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ortaya çıkar. Oda sıcaklığında bile, 5-10 nm yüzeyde oksit tabakası tespit edilmiştir. Materyali koruyan bu alüminyum oksit tabakasında 1370°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda hacim (bulk) oksitlenmesi meydana gelir (Zhang and Veprék 2007a; Sanchez *et al.* 2008).

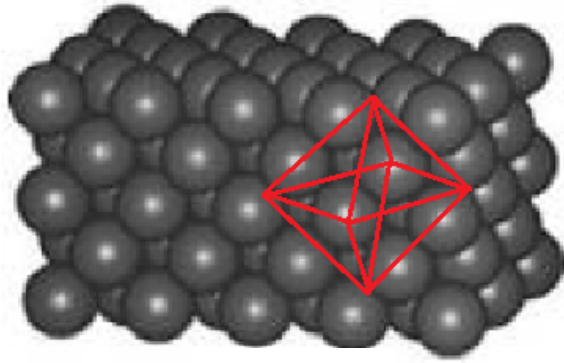
Alüminyum nitrürün kullanım alanı sadece termal iletkenlik ve ısı dayanımının gerekli olduğu yerlerde olmamıştır. Son birkaç on yıldır mekanik ve tribolojik özellikleri keşfedilen AlN filmler, tribolojik zorlanmaya maruz kalan sert parçaların kaplanmasında kullanılmaya başlamıştır. Tek katlı sert kaplamalardan olan AlN filmler iyi mekanik ve tribolojik özellikler sergilemesi nedeniyle endüstriyel manada önemli bir rol oynamıştır. Bu kaplamalar kesici aletler ve diğer makine parçalarının aşınma, oksidasyon ve korozyon direncini artırmak için uygulanmıştır (Kim *et al.* 2003; Kim *et al.* 2008)

AlN ince katı filmler yüksek ısı iletkenliği, elektrik izolatörü, iyi oksidasyon, korozyon ve aşınma direnci gibi gelişmiş özellikleri ve çok yönlü kullanımları sayesinde malzemelerin performansını artıran ve hali hazırda kullanılan etkili tribolojik kaplamalardır (Alkjaersig *et al.* 1992; Dimitrova *et al.* 1998; Acosta *et al.* 2007). CrN ve AlN kaplamalarının genel özellikleri Çizelge 2.1'de görülmektedir.

Çizelge 2.1. CrN ve AlN kaplamalarının genel özellikleri

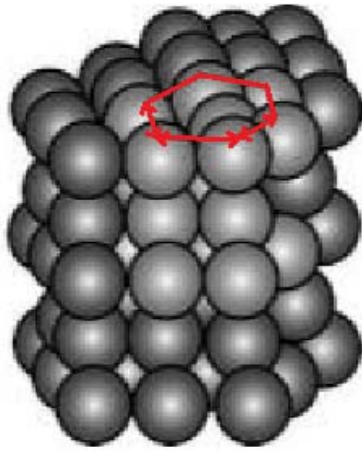
Özellikler	AlN kaplama	CrN kaplama
Renk	Beyaz/gri	Gümüş/metal
Sertlik (GPa)	12-16	18-25
Maksimum oksitlenme derecesi (°C)	700 - 750	700 - 750
Ortalama Sürtünme katsayısı (μ)	0.43	0.55
Yoğunluk (g/cm^3)	3.26	6.1

Metaller kalıcı şekil değiştirirken, malzemenin kristal kafesindeki belirli kristal düzlemleri belirli doğrultularda kayarlar. Bir kristalde bu tür kaymalara olanak tanıyan kayma sistemi sayısı arttıkça malzemenin şekil değiştirmesi kolaylaşır, yani sünekliği artar. Şekil 2.3’de alüminyum ve hcp-AlN kristal kafes yapıları ve kayma düzlemleri görülmektedir. hcp-AlN kristalinde sadece 3 kayma sistemi varken, bu sayı alüminyum için 12’dir. Yani alüminyum kafesi kalıcı şekil değişimlerinin gerçekleşmesi için 4 kat daha fazla seçeneğe sahiptir. Sonuç olarak alüminyum sünek özellik gösterirken, hcp-AlN gevrek bir malzemedir. Burada alüminyumun kolay şekillendirilebilir bir malzeme olmasına karşın, nitrürü daha kırılgandır ve kolay şekillendirilemez. Bunun nedenleri arasında AlN’ün kafes yapısı vardır (Aran 2008). Genel olarak, AlN kaplamaların kafes yapıları oluşurken atom başına düşen toplam enerji ve ortalama atom hacmine bağlı olarak NaCl tipi YMK (yüzey merkezli kübik) ve ZnS (Vürtzit) tipi HSD (hekzagonal sıkı düzen) kristal kafes yapıları şeklinde oluşmaktadır (Zhang and Veprék 2007a; Lin *et al.* 2009b). Tipik olarak AlN’ün kristal kafes yapılarının görünümü Şekil 2.4’de görülmektedir.



Alüminyum

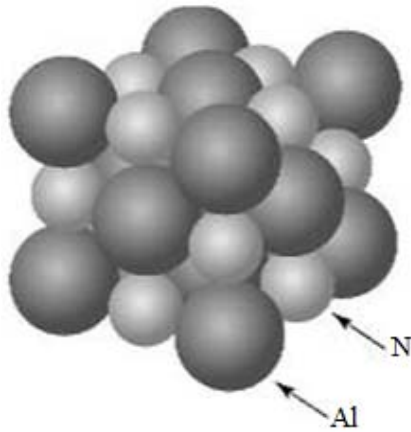
Alüminyumun kristal kafes yapısı YMK (yüzey merkezli kübik) sistemdir. Alüminyum kristalinde 12 kayma sistemi vardır.



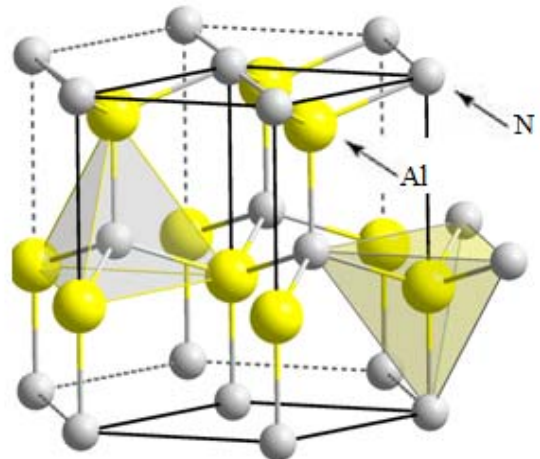
hcp-AlN

hcp-AlN kristal kafes yapısı HSD (hekzagonal sıkı düzen) sistemdir. hcp-AlN kristalinde sadece 3 kayma sistemi vardır.

Şekil 2.3. Alüminyum ve hcp-AlN'ün kristal kafes yapıları ve kayma düzlemleri



NaCl tipi YMK (yüzey merkezli kübik)



ZnS (Vürtzit) tipi HSD (hekzagonal sıkı düzen)

Şekil 2.4. AlN 'ün kristal kafes yapılarının görünümü

AlN'ün kristal kafes sistemlerinde YMK ve HSD dönüşüm aralıkları hakkında çok sayıda deneysel ve kuramsal çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalarda HSD kafes sisteminin sertlik ve aşınma direnci olarak daha iyi performans sergilemesi gerekir. Fakat GM (Geçiş Metali) N-AlN gibi ikili sistemlerde kafes parametrelerinin uyumuna göre mekanik ve tribolojik özellikler değişebilir. Yani birbirine uyumlu sistemler, uyumsuz sistemlere göre daha kararlı yapılar oluşturur (Zhang and Vepek 2007b). Örneğin ymk-CrN ile ymk-AlN'ün kafes parametreleri birbirine yakın değerler iken birbirine uyumlu kübik sistemler oluşturabilirler.

Zhang and Vepek (2007a)'de yaptığı çalışmada CrAlN filmlerin kafes tipleri ymk-CrN + ymk-AlN iken filmlerin sertlik değerlerinde tek tabakalı CrN ve AlN'e göre artma oluşurken, ikinci aşamada ymk-AlN'ün hsd-AlN'e dönüşümünde filmlerde önemli bir sertlik azalması meydana geldiğini bulmuştur. Bu sonuç kafes parametrelerinin filmlerin mekanik özelliklerini belirlemede önemli bir etken olduğunu göstermektedir.

2.2. Çok Tabakalı (Multilayer) Kaplamalar

Birçok kaplamada, mühendislik bileşenleri istenilen tüm yüzey özelliklerini tek bir yüzey işlemiyle elde etme imkanını sınırlı sayıda vermiştir. Bu açıdan bakıldığında, bugün iki veya daha fazla kombine yüzey teknikleri daha umut verici uygulamalar olarak birçok endüstriyel alanlarda kullanılmaya başlanmıştır (Efeoglu and Celik 2001).

Aşınmaya maruz kalan makine elemanı ve takım malzemelerinin ömrünün artırılması için, bu yapıların yüzeylerine birçok işlevi aynı anda yerine getirebilecek (multifunctional) koruyucu kaplamaların büyütülmesi fikri ortaya çıkmıştır. Çünkü birçok tribolojik uygulamada kullanılan kaplamaların oldukça yüksek sertlik, uygun katılık-stiffness (taban malzemeninki ile benzer), yüksek kırılma tokluğu, düşük sürtünme katsayısı, aşınma ve oksidasyon direnci gibi özellikleri bir arada bulundurması istenir. Bu nedenle, son yıllarda, geçiş elementlerinden elde edilen karbür, nitrür ve

borür esaslı sert kaplamaların özellikleri, bu yapılara bazı elementler (Al, Si, Cr, Ti, V, Mo vs.) ilave edilmek suretiyle iyileştirilme yoluna gidilmiştir (Shtansky *et al.* 2005). Aynı doğrultuda, CrN esaslı filmlerin sürtünme ve aşınma özelliklerini iyileştirmek için kompozit ve çok tabakalı kaplamalar yapılmıştır. Yüksek sıcaklıklarda oksidasyona ve aşınmaya karşı direnci artırmak için Bourhis *et al.* (2009)'da ve Kim and Lee (2006)'da CrN filmlere Al ekleyerek mekanik ve tribolojik özellikleri gelişmiş CrAlN kaplamalar yapmışlardır. Kim *et al.* (2003) ile Park and Baik (2005) çalışmalarında değişik çift tabaka (CrN-AlN) kalınlıklarında CrN ve AlN tabakalar ile daha sert, oksidasyon ve aşınmaya karşı daha dirençli çok tabakalı kaplama sentezlemişlerdir. Çok tabakalı CrN/AlN kaplamalarda yüksek sertlik değerlerinin elde edilmesindeki nedenlerden biri ara yüzeylerin dislokasyon hareketini engelleyici görev yapmasıdır.

Çok tabakalı kaplamaların mekanik ve kimyasal özellikleri tek tabakalı kaplamalara göre daha kolay iyileştirilebilir. Diğer adı süper kafes kaplamalar olan çok tabakalı kaplamalar belirli süreler ile farklı malzemelerin nanometre boyutunda taban malzeme üzerine sırayla büyütülmesi sonucu oluşan çok tabakalı kaplamalardır (Kim *et al.* 2003).

Tribolojik kaplamaların bu ikinci nesli, genellikle TiN/VN, CrN/NbN, TiN/NbN, CrAlYN/CrN, MoS₂/Ti, TiBN/TiB₂ ve benzeri temel malzemelerin birleştirilmesiyle oluşturulmuştur. Çok tabakalı kaplamaların yapısal karakterizasyonu, farklı tabakaların gözlemlenmesi amacıyla kaplamanın herhangi bir kesitindeki filmin görüntülenmesiyle incelenmektedir (Sund Gren *et al.* 1990; Arslan *et al.* 2005; Bülbül *et al.* 2007; Mikula *et al.* 2008; Lin *et al.* 2009b).

Farklı çalışmalar, çok tabakalı kaplamaların tek tabakalı kaplamalara göre daha avantajlı olduğunu göstermiştir. Yüzeye paralel olan ara yüzeylerin sayısının çokluğu, çatlak oluşumuna engel olurken uygulanan hareketin farklı yere kaymasını, kaplama dayanıklılığının artmasını ve kaplamanın kırılgan bir yapıya sahip olmasına karşı engellemeler sağlayabilir (Donnet and Erdemir 2004). Tabaka sayısı arttıkça kaplamanın kırılma tokluğu ve aşınma direncinde iyileşme meydana gelmektedir (Bull and Jones 1996). Aşınmanın iyileştirilmiş olması kadar oksidasyon ve korozyon direnci

gibi diğer spesifik özelliklerin de kaplamaya kazandırılması çok tabakalı kaplamaların kullanılmasının temel nedenidir. Örneğin farklı tabakalar farklı amaçlar için kullanılabilirler. Ara tabakalardan biri korozyon ve oksidasyona karşı dayanıklılık ve direnci artırırken üst tabaka düşük sürtünme ve aşınma sağlayabilir (Ding *et al.* 2000).

Yüzey özelliklerinin iyileştirilmesinin en iyi şekli çok tabakalı bir yapıya sahip, ince filmlerin sentezlenmesi teknolojisiyle ulaşılabilir. Bu hem yapısı belirli tabakaların özelliklerini kontrol edebilme (kimyasal bileşim ve mikro yapı kontrolü), hemde çok tabakalı kaplamanın (kalınlık, bileşen miktarı ve tabaka dizisi kontrolü) özelliklerini kontrol edebilmek için en iyi yoldur (Wiecinski *et al.* 2011). Çok katlı kaplamaların avantaj sağlamasının üç temel sebebi vardır. Bunlar:

- 1- Ara yüzey tabakaları: Bu tabakalar, kaplamanın taban malzemeye ve birbirlerine yapışma özelliğini artırmakta ve kaplama-taban malzeme sınırında ve tabakalar arasında yumuşak bir geçişe sebep olarak kaplamaya olumlu etki etmektedir.
- 2- Tekrarlanan tabakaların fazla sayıda olması: Farklı mekanik özellikteki çok sayıda ince filmin biriktirilmesi yüzeydeki gerilim konsantrasyonunu düşürmekte ve çatlak ilerlemesini engelleyici yönde etki etmektedir.
- 3- Farklı özellikteki tabakalar: Malzemenin yüzey özellikleri, yüzeyde farklı etkiler gösterecek, birbirinden ayrı özelliklere sahip kaplamaların birikmesiyle geliştirilebilir.

Bu özelliklere örnek olarak korozyondan korunma, aşınmayı önleme, ısı izolasyon, elektriksel iletkenlik, difüzyon engeli ve taban malzemeye yapışma özellikleri sayılabilir (Çınar 1998).

Klasik tane boyutlu malzemelerin ($d > 1\mu\text{m}$) sertlik ve mukavemet değerleri deneysel olarak Hall-Petch eşitliği ile ifade edilebilir: $\sigma_0 = \sigma_i + k d^{-1/2}$. Burada σ_0 = eğilme gerilimi, σ_i = dislokasyon hareketine ters yönde sürtünme gerilimi, k = sabit ve d = tane çapıdır. Benzer sonuçlar sertlik içinde $H_0 = H_i + k d^{-1/2}$ eşitliği ile elde edilebilir. Nano ölçekli malzemelere ait birçok bilgi sertlik değerleri üzerinedir. Şu açıktır ki, tane boyutu nano boyuta ($< 100\text{ nm}$) doğru indikçe sertlik değerleri tipik olarak artmaktadır ve saf nano kristalli metallerin (10nm tane boyutunda) sertlik değerleri iri tanelilerle ($> 1\mu\text{m}$)

karşılaştırıldığında 2 ila 7 kat daha fazladır. Gerçekten de, Hall-Petch eşitliği ile iri taneden nano boyuttaki taneye doğru tahmin yapılırsa çok yüksek eğilme gerilim değerlerine ulaşılabilir. (Suryanarayana and Koch 1999).

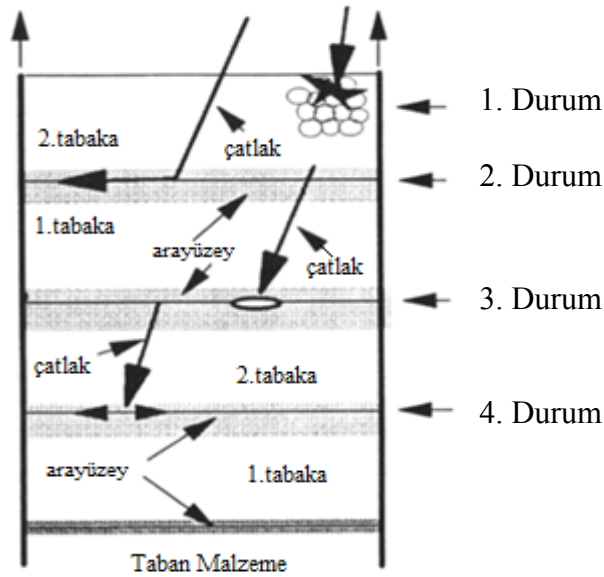
Çok tabakalı kaplamalarda sertlik ve tokluk geliştirme işlemi, farklı mekanizmalar sayesinde meydana gelmektedir. Bunlar arasında Hall-Petch etkisi olarak bilinen nano metrik kalınlığa sahip tabaka oluşumu ve buna bağlı olarak tane büyümesinin önlenmesi literatüre girmiştir. Buna bağlı olarak çift tabaka kalınlığının azalması, oluşan tanelerin boyutlarında küçülmeye sebep olmaktadır. Bu durum çok tabakalı kaplamalarda tane boyutlarının daha küçük olmasını ve çekirdeklenme olayının daha fazla yerde meydana gelmesini sağlamaktadır (Cabrera *et al.* 2011).

Jensen *et al.* (1999)'da çok tabakalı bir yapının tek tek her tabakanın, kaplamanın ayrı ayrı eksikliklerin üstesinden geldiğini özetlemiştir. Ayrıca çok tabakalı bir filmin avantajlarını ise kısaca şöyle not etmektedir:

- Her bir tabaka, filmin mukavemet ve tokluk değerlerini yükseltebilir,
- Her bir tabaka kombinasyonları istenilen filmin uygulama ihtiyaçlarına göre farklı tür ve kompozisyonlarda hazırlanabilir,
- Çok tabakalı film ile taban malzeme yüzeyi ve/veya her bir tabaka yüzeyleri arasındaki adezyonda bir artış elde edilebilir,
- Çok tabakalı bir film içindeki artık gerilimler azalabilir,
- Daha yoğun bir film yapısı elde edilebilir.

Kaplamalardaki çatlakların ilerlemesini ve hareket edebilmesini önleyen ve çatlak inhibitörü (engelleyen, önleyen) olarak görev yapan çok tabakalı yapının, kaplamanın yorulma ömrünü uzattığı görülmüştür. Ayrıca çok tabakalı filmlerin çeşitli mekanizmalarla kaplamaların özelliklerini iyileştirdiği düşünülmektedir (Cooke *et al.* 2003). Holleck and Schier (1995)'de çok tabakalı kaplamalarda sertleştirme ve güçlendirme mekanizmalarını (Şekil 2.5) şöyle açıklamıştır:

- 1.Durum: Tane büyümesinin önlenmesi ve buna bağlı olarak gelişen, çatlak bölme veya küçültme, arayüzün sertleşmesi ve azalan gerilme mekanizmaları.
- 2.Durum: Çatlak saptırma ve/veya bölme ile gelişen, azalan ve/veya engellenen çatlak ilerlemesi mekanizmaları.
- 3.Durum: Çatlağın oluşturduğu arayüz açılması veya delaminasyona bağlı olarak gelişen, azalan gerilme konsantrasyonu ve iyileşen tokluk mekanizmaları.
- 4.Durum: Nano boyutta plastik davranış ve buna bağlı gelişen, nano boşluklar sayesinde oluşan çatlak enerji dağılımı, azalan çatlak ilerlemesi ve azalan gerilme mekanizmaları.



Şekil 2.5. Holleck and Schier (1995)'e göre çok tabakalı seramik kaplamalarda sertleştirme ve güçlendirme mekanizmaları şematik gösterimi

Çok tabakalı sistemlerdeki bu mekanizmalar tabakalar arasındaki ara yüzeyler nedeniyle çatlak saptırma ve çatlak ucunda oluşan plastik deformasyon ile çatlak ilerlemesini durdurma, homojen bir artık gerilme dağılımı sağlama, birbirine bağlı olan komşu tabakalar arasındaki farklı kayma modülü sayesinde dislokasyon hareketlerini önleme gibi özellikler sayesinde kaplamayı korurlar.

Birbirini izleyen her çift tabaka kalınlığının çok tabakalı kaplamaların özellikleri üzerinde önemli bir rol oynadığı bilinmektedir. Fonksiyonel tasarımı gerçekleştirmek ve

kaplamaların fiziksel özelliklerini optimize etmek için yapısal olarak tane boyutu, morfolojisi, bileşen sayıları ve elde edilen kaplamaların çift tabaka kalınlığını ayarlayarak, farklı malzemelerle aşınmayı azaltıcı fonksiyonlar kombine edilebilir. Bu amaç doğrultusunda TiN/CrN, TiAlN/CrN, CrN/AlN ve TiN/ZrN gibi iki bileşenli birkaç malzemedan oluşan sistemler günümüzde yapılmış ve kaplama özelliklerini geliştirdiği kanıtlanmıştır (Zhang *et al.* 2009).

İnce filmlerden iyi aşınma direnci elde etmenin şartı kaplamanın sadece yüksek sertlikte olması değildir. Aynı derecede önemli bir faktör ise elastisite modülü değeridir. Bu nedenle, ince filmlerin plastik deformasyon direnci (H^3 / E^2 değeri), aşınma direncini iyileştirmede güçlü bir rol oynar. Buna göre, yüksek sertlik ve düşük elastisite modülü ile malzemelerin plastik deformasyon dirençleri artırılabilir. Genel olarak, filmlerin elastisite modülünün düşük değerlerde olması tercih edilir, bunun nedeni uygulanan yükün daha geniş bir alana dağılmasını sağlamak ve buna bağlı olarak film üzerindeki aşınmayı azaltmaktır. Film içinde dislokasyonların azalmasını sağlamak kaplamanın yüksek sertlik ve plastik deformasyon direnci göstermesini sağlar. Kaplama içinde dislokasyonların azalmasını sağlamak ise çok tabakalı bir yapıyla olabilir. Bu çok tabakalı yapıların kalınlıkları yeteri kadar küçük boyutlarda ise dislokasyon hareketlerinin oluşmasında önemli bir direnç sergilemekte ve büyük ölçüde engellemektedir (Kim *et al.* 2009).

2.2.1. CrN/AlN çok tabakalı (multilayer) kaplamalar

Tek tabakalı CrN kaplamaların mekanik ve tribolojik özelliklerini iyileştirmek için CrN/AlN çok tabakalı kaplamalar geliştirilmiştir. CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların tribolojik davranışlarının incelenmesinin, kesme ve işleme aletlerinin ömrü ve sürtünmeden kaynaklanan enerji kayıpları göz önüne alındığında çok önemli olduğu anlaşılmaktadır (Kim *et al.* 2003; Kim *et al.* 2008).

Çok tabakalı kaplamalar üzerine yapılan farklı çalışmaların sonuçlarına göre CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların tribolojik özelliklerinin, kendisini oluşturan tabakaların tek başlarına oluşturdukları filmlerin tribolojik özelliklerine nazaran daha iyi sonuçlar vereceğini tahmin etmek mümkündür.

Farklı bileşenlerden yapılmış çok tabakalı kaplamalar hakkında çokça eser bulunmaktadır. Örneğin yapılan çalışmalar sonucu, çok tabakalı CrN/AlN filmlere sahip kaplamaların tek tabakalı AlN ve CrN filmlere göre mekanik özelliklerinin (Park and Baik 2005; Tien and Duh 2006) ve oksidasyon direncinin daha iyi olduğu (Park and Baik 2005; Tien *et al.* 2007) ayrıca çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların çok yüksek sıcaklıklardaki uygulamalar için elverişli olduğu görülmüştür (Park and Baik 2005). Çok tabakalı CrN/AlN filmlere sahip kaplamaların hem vakum hem de hava ortamında ve yüksek sıcaklıklarda termal kararlılığı CrN filmlere göre daha iyidir (Tien and Duh 2006).

CrN/AlN kaplamalar genellikle PVD yöntemiyle yaygın olarak kaplanmaktadır. Fiziksel buhar biriktirme tekniklerinden en pratik ve çok yönlü olanı kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma (CFUBMS) yöntemidir. Manyetik alanda sıçratma sistemiyle kaplanan tek tabakalı CrN, AlN ve çok tabakalı CrN/AlN filmlerin mekanik ve tribolojik özelliklerinin karşılaştırılması Çizelge 2.3’de görülmektedir. Burada çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların mekanik ve tribolojik özelliklerinin tek tabakalı CrN ve AlN kaplamalara göre daha iyi olduğu görülmektedir.

Çizelge 2.2. Tek tabakalı CrN, AlN ve çok tabakalı CrN/AlN filmlerin mekanik ve tribolojik değerlerinin karşılaştırılması

Mekanik ve Tribolojik Özellikler	CrN tek tabakalı filmler	AlN tek tabakalı filmler	CrN/AlN çok tabakalı filmler	Ref.
Sertlik (GPa)	27	22	(30-37)	(Kim <i>et al.</i> 2003)
	25	16	(25-43)	(Park and Baik 2005)
	20	12	(25-28)	(Tien and Duh 2006)
	22		(27-34)	(Kim <i>etal.</i> 2008)
	18	15	(20-28)	(Cabrera <i>et al.</i> 2011)
			(30-42)	(Lin <i>et al.</i> 2009a)
	23	25	(25-45)	(Lin <i>et al.</i> 2009b)
Sürtünme Katsayısı	0,35	0,43	(0,2-0,3)	(Cabrera <i>et al.</i> 2011)
			(0,35-0,55)	(Lin <i>et al.</i> 2009a)
			(0,32-0,58)	(Lin <i>et al.</i> 2009b)
Aşınma Oranı ($\times 10^{-6} \text{ mm}^3 / \text{Nm}$)			(0,5-4,5)	(Lin <i>et al.</i> 2009b)
			(0,6-3,5)	(Lin <i>et al.</i> 2009a)

Bu sonuçlar çok tabakalı yapıların tek tabakalı yapılara göre daha gelişmiş özellikte olduğunu ispatlamaktadır. CrN/AlN kaplamaların genel özellikleri CrN kaplamalara göre daha iyi ve kullanım alanları ise benzerlik göstermektedir (Kim *et al.* 2008).

Çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların özellikleri:

- Yüksek sertlik
- Yüksek sıcaklığa iyi derecede dayanıklılık
- Düşük sürtünme katsayısı
- Yüksek aşınma direnci
- İyi korozyon direnci

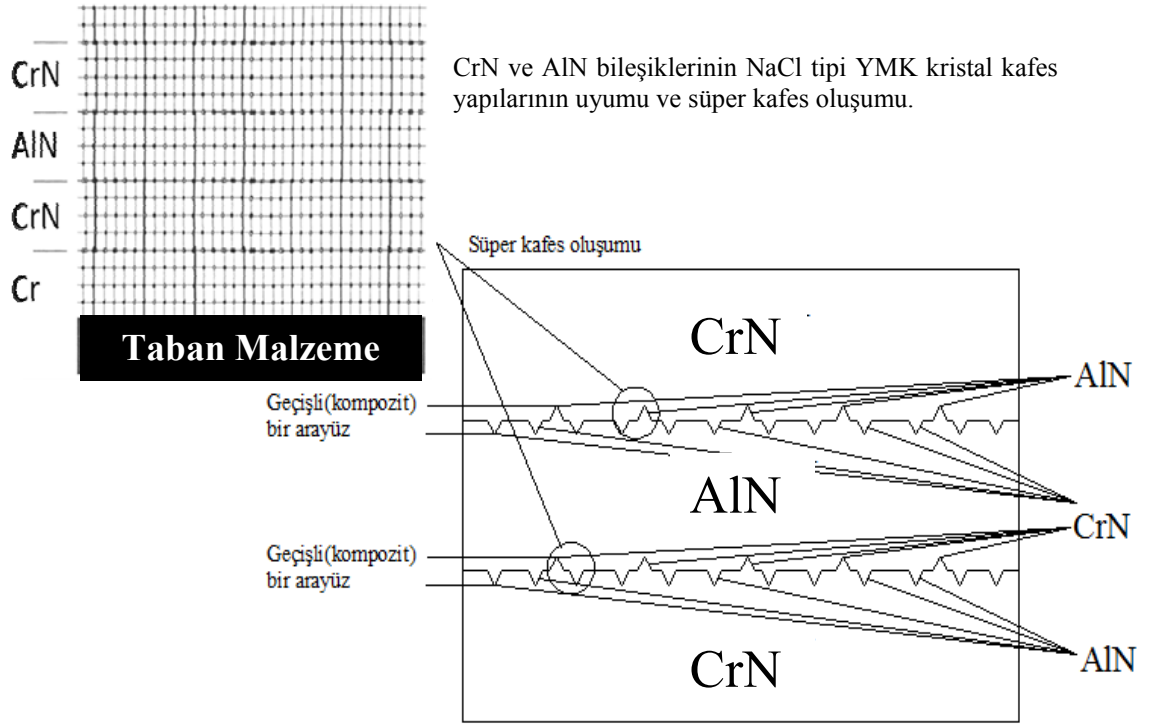
Çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların kullanım alanları:

- Metal şekillendirme takımlarında,
- Bakır alaşımlarını kesme işleminde,
- Koruyucu kaplama malzemesi olarak,
- Döküm ve baskı kalıplarında,
- Kesme ve delme takımları ile diğer makine parçalarında kullanılan kaplamalardır.

Endüstride son yıllarda sert kaplamaların kimyasal ve mekanik özelliklerinin daha da geliştirilmesi üzerinde duruldu. İlk olarak tek tabakalı sert kaplamaların özelliklerini iyileştirmek için tek yönlü çok fazlı olan TiAlN, TiCrN ve TiCN gibi sert kaplamalar geliştirilmiştir. Kompozit yapıya sahip bu kaplamalar tek fazlı kaplamalara göre mekanik ve tribolojik açıdan daha iyi performans sergilerler. Son yıllarda geçiş metal nitrür filmlerin iki türünün birleşimi ile elde edilen çok tabakalı kaplamalar üzerinde araştırmalar yapılmaktadır. Daha sonra ise çok katlı kompleks bir yapıya sahip olan CrN/NbN, TiN/CrN, CrN/AlN ve WC/TiAlN gibi kaplamalar silikon, çelik, polikristal Al₂O₃, M2 ve D2 takım çeliği gibi çeşitli taban malzeme üzerine büyütülmüştür. Bu kaplamalar tek tabakalı nitrür kaplamalar ile karşılaştırıldığında, çok iyi sertlik, adezyon ve aşınma direnci gibi mekanik ve tribolojik özellikler sergilemektedirler (Kim *et al.* 2003).

Bu sertlik geliştirme işlemi çok karmaşık bir olgudur, fakat üste bahsi geçtiği gibi süper kafesin güçlendirilmesi çeşitli modellerle açıklanabilir. En tipik modeli süper kafes kaplamalarda tabakalar arasında hareket halindeki gizli dislokasyonlara dayanır. İki tabaka arasında dislokasyon enerji farkı bu iki malzemenin elastik kayma modülü farkı ile doğru orantılıdır; ve bu hat sınır boyunca dislokasyon hareketine bir engel oluşturur. Sınır boyunca dislokasyonları taşımak için gerekli enerji kaplamayı oluşturan tabakaların kalınlığına bağlıdır. Dağınık sınırlar, dar veya keskin sınırlara göre daha fazla enerji gerektirir. İki tabaka arasında keskin bir arayüz ve farklı kayma modülü kaplamanın sertliğini maksimum değerlere çıkarabilir. Bu keskin arayüz süper kafes oluşumunda meydana gelmektedir. Süper kafes oluşumu ise tek tabakaların kafes parametrelerinin birbirine çok yakın olduğu ve/veya tek tabakaların birbiriyle kafes

uyumunun sağlandığı yerlerde oluşmaktadır. Bu hat boyunca oluşan süper kafes yapısına geçişli (graded) veya kompozit bir arayüz diyebiliriz. Şekil 2.6'da CrN/AlN çok tabakalı filmlerin süper kafes oluşumu görülmektedir (Kim *et al.* 2003).



Şekil 2.6. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin süper kafes oluşumu şematik resmi

Süper kafes kaplamaların özellikleri ve tek tabakaların faz yapıları tabakaların sayısına ve kalınlığına bağlı olarak değişir. Metal/seramik (örneğin, Ti/TiN, W/WN, Cr/CrN vb) ve seramik/seramik (örneğin, TiN/VN, CrN/NBN, TiN/NBN, TiN/V_xNb_{1-x}N, vb) sistemlerin özellikleri aşınma, oksidasyon ve korozyon direnci yanı sıra mukavemet, sertlik ve tokluk açısından iyi olmalarıdır (Lin *et al.* 2009b).

Nano ölçekli iki sabit fazın üst üste sıralanmasıyla oluşan TiN/CrN, WC/TiAlN, CrN/AlN ve CrN/NBN gibi çok tabakalı süper sert kaplamalar, yüksek aşınma ve yağlamanın yanı sıra uzun ömürlü aşınma ve yağlama performansı için geliştirilmiş çift yönlü özellikler sergileyen kaplamalardır. Çok tabakalı CrN/AlN kaplamalardaki metal-nitrür (CrN) tabakalar sertliği sağlarken, yumuşak metal-nitrür (AlN) tabakalar ise

yağlama özelliği kazandırmıştır. Ancak çok tabakalı ince filmlerin özellikleri ile çift tabaka kalınlığı arasındaki ilişki net değildir. Bu çok tabakalı kaplamaların mikro yapıları, mekanik ve tribolojik özellikleri çift tabaka kalınlığına bağlı ve/veya önemli etkileri olduğu bulunmuştur (Kim *et al.* 2009).

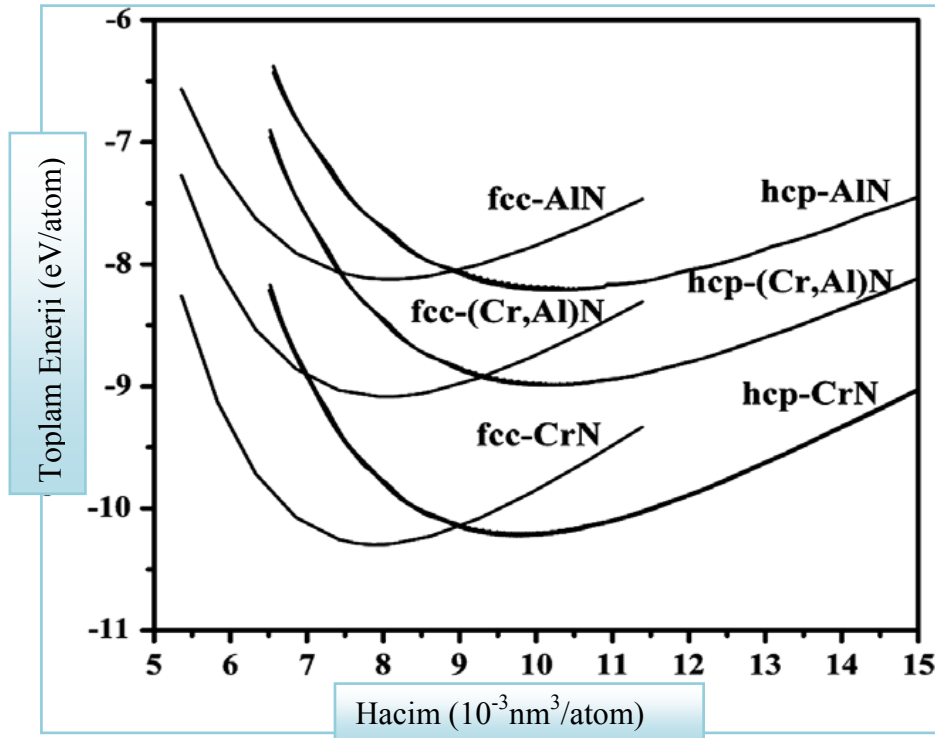
Çok tabakalı CrN/AlN filmlerde CrN ve AlN bileşiklerin kristal kafes oluşumu kaplamanın özelliklerini etkilemektedir. Bu yüzden fcc-AlN (kübik) ve fcc-CrN (kübik) kristal kafes yapılarının istikrarı ile ilgili sorular literatürde en çok dikkati çeken konular arasında olmuştur. hcp-AlN (altıgen) kristal kafes yapısı sergileyen kaplamaların sertlik ve aşınma direncinde önemli ölçüde performans düşüklüğü olduğu görülmüştür (Bartosik *et al.* 2010).

Kim *et al.* (2009)'da, çok tabakalı CrN/CrAlN filmlerinde oluşan CrN ve AlN bileşiklerin kafes yapılarını yorumlarken kafes uyumsuzluğunun ortaya çıktığı tabakalardaki yapıların dislokasyon hareketlerinin oluşmasına önemli bir direnç sergilediği ve büyük ölçüde engellediğini ifade etmişlerdir.

Rovere *et al.* (2010)'da ise CrN/AlN çok tabakalı filmlerde fcc-NaCl tipi CrN ve hcp-ZnS tipi AlN ikili bileşenlerin oluşumunda, yapısal farklılıklardan dolayı gereğinden fazla kafesler arasında oluşan gerginlik (anti-yapışma) kaplamalarda kararsızlaştırıcı bir etki oluşturduğunu söylemektedir.

Zhang and Veprek (2007b)'deki çalışmalarında CrN-AlN sisteminde oluşan CrN ve AlN bileşiklerin kafes oluşumunu ve uyumunu incelemiş, oluşan fcc, hcp fazlarının davranışlarını analiz etmiştir. Şöyle ki, fiziksel ve kimyasal buhar biriktirme yoluyla sentezlenen CrN ve AlN bileşiklerinin Gibbs serbest enerji diyagramları bu kaplamalarda kafes parametrelerinin uyumlu fcc-CrN ve fcc-AlN yapılarının oluştuğunu göstermektedir. Aynı zamanda bu uyumlu fcc-CrN ve fcc-AlN yapılarının spinodal (yarı istikrarlı faz sınırı) ayrılmaya uğrayabilmeleri mümkündür. Ancak nispeten istikrarlı hcp-AlN yapılarının doğrudan oluşumu için büyük bir engel vardır.

İkili bileşikler için CrN, AlN ve üçlü bileşikler için CrAlN yapılarının NaCl tipi fcc (ymk) ve ZnS tipi hcp (hsd) kafes sistemlerinin toplam enerji (E) ve ortalama atom hacmi (V) arasında hesaplanan korelasyonu Şekil 2.7’de gösterilmiştir. Kafes sistemlerinin oluşumunda toplam enerji başta olmak üzere hücre hacmi değerleri tarafından belirlenir.



Şekil 2.7. İkili AlN, CrN ve üçlü CrAlN bileşiklerinin Toplam enerji ve Ortalama atom hacmi arasındaki ilişkiye göre oluşan kafes sistemleri (ymk (fcc)-NaCl tipi ve hsd (hcp)-ZnS tipi yapılarıdır) (Zhang and Veprék 2007b)

Örneğin, nispeten düşük bir sıcaklıkta plazma kaynaklı kimyasal ve fiziksel buhar biriktirme yöntemi ile büyütülen, metastabil ikili CrN ve AlN bileşiklerinin fcc-NaCl ve hcp-ZnS tipi kafes yapıları ve aşamaları elde edilebilir. Yeterince yüksek bir sıcaklıkta ve yeterince uzun bir süre içinde tavlama yapılması durumunda, fcc-CrN ve hcp-AlN bileşiklerinin mekanik bir karışım oluşturan kararlı yapıları bozulabilir (Zhang and Veprék 2007b).

İkili GMN (Geçiş Metal nitrürleri) / AlN filmlerde Al içeriğinin artırılmasıyla fcc-NaCl→hcp-ZnS tipi yapıların faz dönüşümünün meydana geldiği ve buna bağlı olarak kaplamaların mekanik ve tribolojik özelliklerinin etkilendiği tespit edilmiştir. Ayrıca kritik AlN konsantrasyonunda fcc→hcp faz dönüşümü artan sıcaklık ile azalır. Şekil 2.7’de CrN/AlN sisteminde fcc-NaCl ve hcp-ZnS faz dönüşümlerinin Gibbs serbest enerjilerinin kesişme noktasında maksimum çözünürlüğe ulaştığı görülmektedir (Zhang and Veprek 2007b).

CrN/AlN kaplamaların mekanik ve tribolojik özellikleri kaplamaların çift tabaka kalınlığına ve AlN tabakaların kristal yapısına bağlıdır. CrN/AlN çok tabakalı kaplamalarda fcc-CrN ve hcp-AlN tabakalar arasında büyük kafes uyumsuzluğu kaplamaların arayüzler arasında zayıf adezyon (yapışma) gücü ve yüksek iç strese yol açmakta ve böylece CrN/AlN kaplamaların düşük tokluk, sertlik ve aşınma dayanımı sergilemesini sağlamaktadır (Lin *et al.* 2009b).

Kaplamalar için sertlik ve yapışma mukavemeti değerleri mekanik özelliklerinin tayininde belirleyici rol oynamaktadır. Çok sert fakat adezyonu (yapışma) iyi olmayan kaplamalar kırılabilir olur ve yüzeyde çatlaklar meydana gelir. Adezyonu (yapışma) çok iyi fakat yumuşak kaplamaların ise sürtünme ve aşınma özellikleri kötüleşir.

Bu çalışmada D2 takım çeliği üzerine çok tabakalı CrN/AlN kaplamalar büyütülmüştür. CrN filmler, AlN filmlere göre daha sert kaplamalardır. Çok tabakalı kaplamalarda tabakalardan birinin diğerine göre daha az sert olması avantaj sağlayabilir. Düşük sertlikteki tabakalar kaplamaya esneklik sağlayarak kaplamanın sürtünme ve aşınma özelliklerini iyileştirdiği gibi kaplamanın nano boyutta kırılmasını ve çatlamasını önlemektedir (Özet 2008).

Farklı bileşenlerden yapılmış çok tabakalı kaplamalar hakkında çokça çalışma bulunmaktadır. Fakat çok tabakalı CrN/AlN filmler için aynı şeyi söylemek zordur. Şimdiye kadar çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların mekanik ve tribolojik özelliklerini inceleyen çalışmaların özetleri şöyledir.

Kim *et al.* (2003)'te yaptıkları çalışmada, CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların büyütülmesinde CrN tabaka kalınlığının değişimine göre kaplamanın mekanik özelliklerini incelemiştir. CrN/AlN kaplamalar 4,9 nm ile 12,5 nm arasında farklı çift tabaka (CrN-AlN) kalınlıklarında hazırlanmıştır. Çok tabakalı CrN/AlN kaplamalarda CrN tabaka kalınlığının kaplamanın nanosertlik değerlerinde ve faz yönlenmelerinde önemli bir etken olduğu anlaşılmıştır (Bu çalışmada kaplama parametrelerine göre Cr hedef gücü 1 kW dan 0,5 kW ya düştükçe sertlik değerleri artmış ve 0,5 kW da CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların çift tabaka kalınlığı 4,9 nm ve maksimum sertlik değeri 37 GPa olarak bulunmuştur). CrN/AlN çok tabakalı kaplamalarda NaCl tipi kafes yapısına sahip CrN ve AlN filmler süper kafes oluşturmuş fakat Vürtzit tipi (hcp) kafes yapısına sahip AlN filmler ise karışık faz sınırı (zayıf koherent) yapısı oluşturmuştur.

Park and Baik (2005)'de, kristal yapı, sertlik gibi özelliklerin çok tabakalı CrN/AlN kaplamalardaki etkisinin tek tabakalı CrN ve AlN kaplamalar ile karşılaştırmasını yapmışlardır. Sertlik değerleri tek tabakalı AlN kaplamalarda 16 GPa, CrN kaplamalarda ise 26 GPa sertliğe sahip iken çok tabakalı CrN/AlN kaplamalarda çift tabaka kalınlığına göre sertlik değerleri 25-43 GPa arasında değişmektedir. Çift tabaka kalınlıkları 2 nm den 4 nm ye yükselirken artan sertlik, 4 nm den 14 nm ye yükselirken azalan sertlik değerleri gözlenmiştir. Bu çalışmaya göre çok tabakalı CrN/AlN filmlerin tek tabakalı AlN ve CrN filmlere göre mekanik özelliklerinin daha iyi olduğu görülmüştür.

Tien and Duh (2006)'da, değişik sıcaklıklarda ısıtılma işlem görmüş CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların mikro yapı ve mekanik özelliklerinin karşılaştırmasını yapmışlardır. Sertlik değerleri tek tabakalı AlN filmler için 12 GPa, CrN filmler için 20 GPa iken çok tabakalı CrN/AlN filmlerde ise 25-28 GPa olmuştur. Çok tabakalı kaplamalarda çift tabaka kalınlığı 4 nm iken en yüksek sertliğe (28 GPa) ulaşılmıştır. Çift tabaka kalınlığı arttıkça sertlik değerleri azalmıştır. Kaplamaların termal kararlılıklarını tespit etmek için filmler vakum ve hava ortamlarında bir saat süreyle 500°C, 600°C, 700°C, 800°C ve 850°C sıcaklıklarda tavlanmıştır. CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların sertliği, vakum altında 850°C'de tavlanmış durumda bile sertlik değerleri benzer kalmış ve nano

tabakalı yapıda bozulma olmamıştır. Sıcaklığın artmasıyla tek tabakalı CrN filmin sertliği %50,5 oranlarında düşerken, çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların sertliğinde %8,1 oranlarında düşme olmuştur. Sonuç olarak, çok tabakalı CrN/AlN filmlere sahip kaplamaların mekanik özellikleri, vakum, hava ortamında ve yüksek sıcaklıklarda termal kararlılığı ve mukavemeti tek tabakalı CrN filmlere göre daha iyidir.

Kim *et al.* (2008)'de çok tabakalı CrN/AlN filmlerde Al hedef akımının mekanik özelliklerine etkisini araştırmak amacıyla bir çalışma yapmışlardır. Bu çalışmada çok tabakalı CrN/AlN kaplamalarda değişen Al hedef akımının kaplamanın nanosertlik değerlerinin belirlenmesinde önemli bir etken olduğu anlaşılmıştır. Tek tabakalı CrN filmlerin sertliği yaklaşık 22-23 GPa iken çok tabakalı CrN/AlN filmlerde Al hedef gücü 63,7 W/cm² iken sertliği yaklaşık 1,5 kat artmış ve 34 GPa olmuştur. Burada çok tabakalı CrN/AlN filmlerde Al hedef gücünün artmasıyla 38,2-51-63,7 W/cm² sertliğinde 28-30-34 GPa olarak arttığı görülmüştür. Al hedef gücü 63,7 W/cm² iken Cr/Al atomik yüzde oranı 0,51 ve çift tabaka kalınlığı 11 nm olmuştur. Al hedef gücünün artmasıyla AlN tabaka kalınlığı artmıştır. Buna bağlı olarak tabakalar arasında oluşması beklenen süper kafes yapıların oluşma ihtimali arttığından dolayı çok tabakalı CrN/AlN filmlerin sertlik değerleri artmaktadır.

Lin *et al.* (2009a)'da yaptıkları çalışmada, CrN tabaka kalınlığının değişimine göre çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların mekanik ve tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. Tüm kaplamalarda CrN tabakaların kafes yapısı NaCl tipi yüzey merkezli kübik (ymk) yapıdadır. Bu çalışmada büyütülen tüm CrN/AlN kaplamalarda sabit küçük AlN tabaka kalınlığı (2,5 nm) nedeniyle hiçbir altıgen Würtzit tipi AlN faz oluşmamıştır. AlN tabakalarda CrN tabakalar gibi aynı kafes yapısı sergilemektedirler. En yüksek sertlik (42 GPa) ve elastik modül (390 GPa) çift tabaka kalınlığı 4,1 nm (CrN tabaka kalınlığı:1,6 nm) iken elde edilmiştir. Büyütülen çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların kalınlıkları yaklaşık 2,0 ila 2,5 µm arasındadır. Al hedef gücü 1200W'ta sabit tutularak AlN tabaka kalınlıkları 2,5 nm olarak büyütülmüştür. Cr hedef gücü ise 200W ila 1200W arasında değiştirilerek farklı kalınlıklarda CrN tabakalar üretilmiştir (0,5-9,9 nm). Çift tabaka kalınlıkları 3,0 ila 12,4 nm arasında değişmektedir. Bu kalınlık 3,0nm

den 4,1nm'ye yükselirken (CrN tabaka kalınlığı:0,5-1,6nm) kaplamanın sertliği artmış (32-42 GPa), 4,1 nm den 12,4 nm'ye yükselirken (CrN tabaka kalınlığı:1,6-9,9 nm) azalmıştır (42-31 GPa). Cr hedef gücün azalmasıyla (1200-400W) Al oranının artması ($Al / (Cr + Al)$ oranı %19,1-59,3) kaplamaların sertlik değerlerinin artmasına katkı sağlamıştır. Ayrıca çift tabaka kalınlığının (ve CrN tabaka kalınlığı) azalması dislokasyon hareketlerini engellemiş ve tabakalar arasındaki farklı kayma modülü, süper kafes kaplamaların sertliğini artırmıştır. Ancak, Cr hedef gücün 400W'tan 200W'a düşerken kaplama sertliğinde ani bir düşüş olmuştur (42-32 GPa). Bu ani düşüş muhtemelen son derece düşük CrN tabaka kalınlığı (yaklaşık 0,5 nm) nedeniyle olmuştur. Bu durumda, CrN ve AlN tabakaları arasındaki karşılıklı difüzyon etkili olmuştur. Çok tabakalı CrN/AlN süper kafes kaplamaların sürtünme katsayısı ve aşınma oranları değerleri, sertlik değerleriyle paralel olarak değişmektedir. Çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların ortalama sürtünme katsayısı değerleri 0,35 ile 0,54 arasında olurken, aşınma oranları ise 7×10^{-7} ile $35 \times 10^{-7} \text{ mm}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$ arasında olmuştur. En iyi sürtünme katsayısı (0,35) ve aşınma oranı ($7 \times 10^{-7} \text{ mm}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$) değerleri en yüksek sertlikte (42 GPa) ve Cr hedef gücü 400W iken meydana gelmiştir. Aşınma deneylerinden sonra yapılan EDS analizi sonucu aşınma profilinde oksit oluşumu gözlenmiştir. Öte yandan çok tabakalı CrN/AlN kaplamanın aşınma derinliği 380nm olurken homojen CrAlN kaplamanın aşınma derinliği 910 nm olmuştur. Bu durum çok tabakalı CrN/AlN süper kafes kaplamaların homojen CrAlN kaplamalara göre daha iyi aşınma direnci sergilediğini göstermektedir.

Lin *et al.* (2009b)'da yaptıkları çalışmada, çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların CrN ve AlN den oluşmuş değişen çift tabaka kalınlıklarına göre, kaplamaların mekanik ve tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. Çok tabakalı CrN/AlN kaplamalar 2,5 nm ile 22,5 nm arasında farklı çift tabaka kalınlıkları oluşturularak hazırlanmıştır. Toplam kaplama kalınlıkları ise 2 ile 2,7 μm arasındadır. Çift tabaka kalınlıklarının değerleri 2,5 ile 4,7 nm aralıklarında, kaplamaların sertlik değerleri 30 GPa'ın üzerinde olmuştur. Bu yüksek sertlik büyütülen fcc-AlN (kübik sistem) tabakaların kafes yapısının NaCl tipi olduğu ve bu yapının fcc-CrN (kübik sistem) tabakaları ile uyum sağlaması sonucu oluştuğu söylenebilir. Çift tabaka kalınlıkları 3,0nm olan çok tabakalı CrN/AlN

kaplamalar 45 GPa ile süper sertlik sergilemişlerdir. Bu sertlik benzer proses parametrelerinde büyütülmüş CrN (24 GPa) ve CrAlN (34-36 GPa) kaplamaların sertlik değerlerinden çok daha yüksektir. Fakat çift tabaka kalınlıkları 6,0nm'den daha büyük olduğunda hcp-AlN (hekzagonal sistem) tabakalarının kafes yapıları Vürtzit tipi yapı sergilemektedir. hcp-AlN ve fcc-CrN tabakalar arasındaki kristal kafes yapı farkı nedeniyle çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların sertlik değerlerinde önemli bir azalma tespit edilmiştir. Tabaka kalınlıklarının artmasıyla Vürtzit tipi hcp-AlN tabakaların oluşumu artmış ve bu artışla birlikte CrN/AlN kaplamaların sertlik değerlerinde hızlı bir düşüş olmuştur (23-25 GPa). Sertlik değerlerine paralel olarak sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerleri de çift tabakaların kalınlığına göre değişiklik göstermektedir. Çift tabaka kalınlıkları 2,5 ila 4,7 nm arasında iken çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların sürtünme katsayıları 0,32-0,37 arasında, aşınma oranları ise $10^{-7} \text{mm}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$ değerlerinde olmuştur. Çift tabaka kalınlıkları 6 ila 22,5 nm arasında iken çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların sürtünme katsayıları yükselerek 0,41-0,58 arasında, aşınma oranları ise $10^{-6} \text{mm}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$ değerlerine kadar önemli oranda artış görülmektedir.

Özetle, çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların mekanik ve tribolojik özellikleri çift tabaka kalınlıklarına ve AlN tabakaların kristal yapısına bağlıdır. Sonuçlar göstermiştir ki çift tabaka kalınlıkları 6 ila 22,5 nm arasında iken oluşan Vürtzit tipi hcp-AlN yapısı, çift tabaka kalınlıkları 2,5 ila 4,7 nm arasında oluşan NaCl tipi fcc-AlN yapısına göre düşük elastik modülü ve sertlik sergiliyor. Daha da önemlisi, hcp-AlN ve fcc-CrN tabakalar arasında büyük kafes uyumsuzluğu (hcp-AlN, $a=3.111 \text{ Å}$ ve fcc-CrN, $a=4.140 \text{ Å}$) nedeniyle arayüzler arasında zayıf adezyon (zayıf koherent) ve yüksek iç stres oluşmuş, bunun sonucu çok tabakalı CrN/AlN kaplamalarda düşük sertlik, tokluk ve aşınma dayanımı görülmüştür. Öte yandan, kalınlıkları 2,5 ila 4,7 nm arasında büyüyen çift tabakalarda AlN ve CrN tabakaları aynı NaCl tipi kafes yapısına sahiptir. Bu yapının kafes parametreleri arasındaki fark çok küçük (fcc-AlN, $a = 4,342 \text{ Å}$ ve fcc-CrN, $a = 4,140 \text{ Å}$) olduğundan süper kafes oluşumunu sağlamıştır. Böylece çok tabakalı CrN/AlN kaplamalara mükemmel sertlik, çok iyi yapışma (adezyon) ve yüksek aşınma direnci kazandırmıştır.

Kim *et al.* (2009)'da yaptıkları çalışmada, çok tabakalı CrN/CrAlN nano yapılı ince filmlerin çift tabaka kalınlığına bağlı olarak değişen mekanik ve tribolojik özelliklerini araştırmışlardır. Büyütülen tüm çok tabakalı CrN/CrAlN filmlerin kalınlığı 1 μm dir. Tabakalar büyütülürken CrN tabakaları için 13,5 W/cm^2 ve CrAlN tabakalar için 8,1 W/cm^2 güç yoğunlukları uygulanmıştır. Kaplamalarda en üst tabakada ise CrN tabakası büyütülmüştür. Çift tabaka kalınlık değerleri 4,4 ila 44,1 nm arasında değişmektedir. XRD sonuçlarında çift tabaka kalınlığının azalmasıyla (44,1 ila 4,4 nm) desenlerde zirvelerin küçülmesi ve genişlemesi filmlerin tane boyutunda bir azalma olduğunu göstermektedir. Bu nedenle filmlerin sertlik değerlerinde bir gelişme olmuştur. Ayrıca CrAlN tabakası CrN ve AlN yapılarından oluşmuş ve kafes parametreleri sırasıyla 2,0750-2,0226 Å bulunmuştur. Bu yakın değerdeki kafes parametreleri süper kafes oluşumunu pozitif yönde etkilemiştir. Çok tabakalı ince filmlerin sertlik değerleri 37 ila 46 GPa arasında, elastisite modülü değerleri 363 ila 406 GPa arasında ve plastik deformasyon direnci (H^3 / E^2 değeri) değerleri ise 0,40 ila 0,61 GPa arasında bulunmuştur. Kaplamaların çift tabaka kalınlığı 44,1 nm den 5,5nm'ye düşerken sertlik (37-46 GPa), elastisite modülü (363-406 GPa) ve plastik deformasyon direnci (0,40-0,61 GPa) artmıştır. Çift tabaka kalınlığı 5,5 nm den 4,4nm'ye düşerken sertlik, elastisite modülü ve plastik deformasyon direncinde ani bir düşüş meydana gelmiştir (sırasıyla 40, 375, 0.46 GPa). Burada önemli nokta ise çift tabaka kalınlığı kritik değerden (5,5 nm) büyük olduğunda iki tabaka arasında kafes uyumsuzluğu ortaya çıkmasıdır. Bu uyumsuz kafes yapıları dislokasyon hareketlerinin oluşmasında önemli bir direnç sergilemekte ve büyük ölçüde engellemektedir. Çift tabaka kalınlığı 5,5 nm'nin altında ise akma dayanımında büyük bir düşüş olmuştur. Filmlerin ortalama sürtünme katsayıları 0,21 ila 0,35 arasında değişmektedir. Çift tabaka kalınlığı 5,5 nm olan filmler, plastik deformasyona karşı yüksek direnç ve aynı koşullar altında üretilen filmlere göre daha istikrarlı ve daha düşük sürtünme katsayısı sergilemişlerdir. Bu durum film yüzeyinde oluşan istikrarlı CrO_x tabakasına bağlanmıştır. Diğer durumlarda ise düşük plastik deformasyon direnci nedeniyle, yüksek sürtünme katsayısı ve istikrarsız sürtünme davranışı gözlenmiştir. Çok tabakalı CrN/CrAlN ince filmlerin ortalama aşınma oranı değerleri ise 2,1 ila $4,5 \times 10^{-6} \text{mm}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$ arasındadır. Çift tabaka kalınlığı 5,5 nm olan filmler hariç diğer bütün filmlerin plastik deformasyona karşı gösterdikleri düşük direnç nedeniyle aşınma oranları yüksek

çıkıştır. Bu durum, büyütülen filmlerin aşınma oranlarının plastik deformasyona karşı gösterdikleri direnç ile doğru orantılı olduğunu göstermektedir. Sonuç olarak, CrN/CrAlN çok tabakalı filmlerin aşınma davranışı, mikroyapı, mekanik ve tribolojik özellikleri çift tabaka kalınlığına bağlı olduğu bulunmuştur. Öte yandan büyütülen filmlerde, iyi mekanik özellik, yüksek sertlik ve plastik deformasyona karşı iyi direnç göstermesi için gerekli olan kritik çift tabaka kalınlığı 5,5 nm olarak bulunmuştur. Bu nedenle çok tabakalı filmlerin performansını arttırmak için maksimum mekanik ve tribolojik özelliklerini gösterdikleri kritik çift tabaka kalınlığının tespit edilmesi gerekmektedir.

Lin *et al.* (2010)'da yaptıkları çalışmada, homojen CrAlN kaplamalar, kademeli Cr_{1-x}Al_xN kaplamalar ve çok tabakalı CrN/AlN süper kafes kaplamaların mekanik ve tribolojik özelliklerini karşılaştırmışlardır. Büyütülen çok tabakalı CrN/AlN süper kafes kaplamalarda çift tabaka kalınlığı yaklaşık 3nm iken 45 GPa sertlik elde edilmiştir. Homojen Cr_{0,42}Al_{0,58}N kaplamalarda sertlik 36 GPa iken kademeli Cr_{1-x}Al_xN kaplamalarda 34 GPa bulunmuştur. Kaplamaların sürtünme katsayıları ve aşınma oranları sertlik değerlerine paralel olarak değişmiştir. Çok tabakalı CrN/AlN (çift tabaka kalınlığı:3nm) kaplamalarda sürtünme katsayısı 0,3, homojen Cr_{0,42}Al_{0,58}N kaplamalarda 0,38 ve kademeli Cr_{1-x}Al_xN kaplamalarda 0,45 olarak bulunmuştur. Ayrıca çok tabakalı CrN/AlN (çift tabaka kalınlığı:3 nm) kaplamaların aşınma oranı ise $0,7 \times 10^{-6} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$, homojen Cr_{0,42}Al_{0,58}N kaplamalarda $2,9 \times 10^{-6} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$ ve kademeli Cr_{1-x}Al_xN kaplamalarda ise $3,1 \times 10^{-6} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$ olarak bulunmuştur. Çok tabakalı CrN/AlN süper kafes kaplamanın çift tabaka kalınlığı 3,0 nm iken 45 GPa gibi süper bir sertlik ve mükemmel aşınma direnci sergilemiştir. Bu üç kaplama sistemi karşılaştırıldığında çok tabakalı CrN/AlN süper kafes kaplamaların diğer kaplamalara göre geliştirilmiş tokluk ve aşınma direnci ile daha iyi sonuç verdiği görülmüştür. Yine Lin'ne göre kaplamaların mekanik ve tribolojik özelliklerini geliştirmek için kaplamayı oluşturan bileşenlerin kompozisyon yapısı ve mimarisinin kontrolü yanında süper kafes, kademeli ve homojen nano kompozit gibi kaplama sistemlerinin de optimizasyonu yapılmalıdır.

Cabrera *et al.* (2011)'de, tek tabakalı CrN, AlN ve çeşitli çift tabaka kalınlıklarında CrN/AlN çok tabakalı filmlerin mekanik ve tribolojik özelliklerini araştırmışlardır. X-ray kırınım ölçer cihazı ile yapılan analiz sonuçlarında CrN/AlN çok tabakalı kaplamalarda CrN bileşiklerinin kristal kafes yapısı NaCl tipi ymk (fcc), AlN bileşiklerinin ise Vürtzit tip (hcp) kafes yapıları uyumlu olmayan bir yapı ortaya koymuştur. Kaplamaların sürtünme katsayısı (μ), pürüzlülük (R_a , nm) ve tane boyutu (nm) değerlerine bakıldığı zaman en yüksekte düşüğe göre sırasıyla; tek tabakalı AlN, tek tabakalı CrN, çok tabakalı CrN/AlN (azalan çift tabaka kalınlığı, en iyi sonuç=60 nm) kaplamalardır. Ayrıca kaplamaların sertlik (GPa), elastik modül (GPa) ve kritik yük (adeziv yetmezlik, N) değerlerine bakıldığında en düşüğe yüke göre sırasıyla; tek tabakalı AlN, tek tabakalı CrN, çok tabakalı CrN/AlN (azalan çift tabaka kalınlığı, en iyi sonuç=60 nm) kaplamalardır. Çok tabakalı CrN/AlN kaplamalarda çift tabaka kalınlıklarının azalmasıyla sertlik, elastik modül ve kritik yük değerlerinde (sırasıyla, 28 GPa, 280 GPa ve 43 N) bir gelişme gözlenmiştir. Örneğin, çift tabaka kalınlığı 60nm iken en düşük sürtünme katsayısına ($\mu = 0,18$) ve en yüksek kritik yüke ($L_c=43$ N) sahiptir. Ayrıca tek tabakalı CrN ve AlN kaplamaların tane boyutları çok tabakalı CrN/AlN kaplamalara göre daha büyüktür. Aynı zamanda çift tabaka kalınlığının azalması oluşan tanelerin boyutlarında küçülmeye sebep olmuştur. Bu durum çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların yüzey pürüzlülük değerlerini iyileştirdiği (düşük olması) gibi, çekirdeklenme olayının daha fazla yerde olmasını sağlamıştır.

2.3. Kaplama Yöntemi

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 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). Buhar fazından yapılan kaplamalar içinde fiziksel buhar kaplama teknikleri, bu tekniklerin tribolojik amaçlı seramik kaplamaların

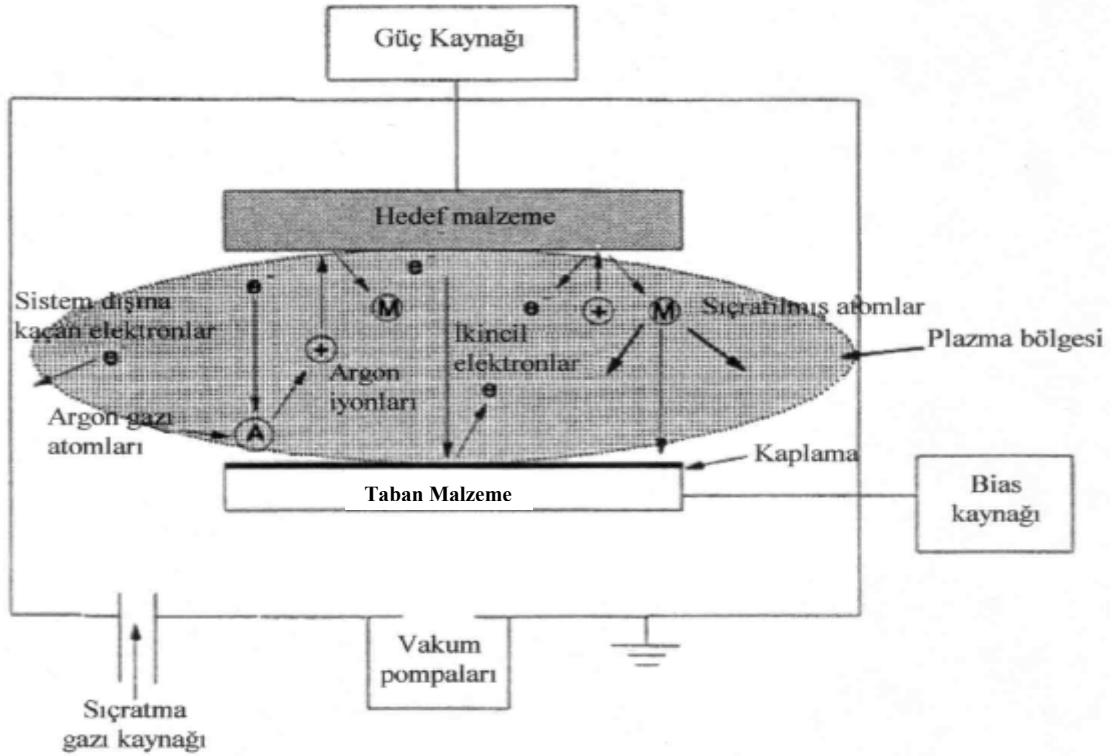
yapılmasında çok iyi sonuçlar alınması nedeniyle son 25 yılda yaygınlaşmaya başlamıştır (Ürgen 1997; Cansever 2001).

Fiziksel buhar kaplama tekniklerinin buharlaştırmaya ve sıçratmaya dayanan iki temel grubu vardır. Bu gruplar buharlaştırma ve sıçratma işlemlerinin yapılma şekillerine göre kendi içlerinde gruplara ayrılırlar.

2.3.1. Sıçratmaya dayalı teknikler

Vakum ortamında katı haldeki kaplama metali (hedef malzeme) yüzeyinin enerjili iyonlarla bombardıman edilerek malzemenin buharlaştırıldığı sıçratma yöntemi, ince film kaplamaların biriktirilmesinde kullanılan çok önemli proseslerden biridir. Sıçratma ile taban malzeme yüzeyi istenen bir metalle kaplanabildiği gibi, reaktif kaplama denilen ve buharlaştırılan malzemenin istenilen bir gazla taban malzeme yüzeyinde bileşik oluşturması sağlanabilir. Böylece sert seramik filmler veya bileşik malzemelerden üretilen kaplamalar yapılabilir (Cansever 2001).

Sıçratma sistemi, negatif dc veya rf potansiyel uygulamalı hedef malzeme ile taban malzeme tutucusunun bulunduğu bir vakum odasından oluşur. Taban malzeme tutucusu hedef malzeme ile karşılıklıdır ve topraklanabilir, negatif potansiyel uygulanabilir veya kendi halinde bırakılabilir. Aynı zamanda ısıtılabilir veya soğutulabilir. Sistem basıncı, 10^{-3} - 10^{-2} mbar aralığında tutulur ve ark etkisi veya plazmanın başlatıldığı bir ortam sağlamak için sıçratma gazı olarak argon ile doldurulur. Sistem şematik olarak Şekil 2.8’de gösterilmiştir (Arnell and Kelly 1997).



Şekil 2.8. Sıçratma Sistemi

Hedef malzemeye 2-3 kV lık negatif potansiyel uygulayarak oluşturulan plazmadaki pozitif argon iyonları, hedefe çarparak momentum değişim mekanizması ile hedef atomlarını yerlerinden çıkarırlar. Hedef malzemesinin atomlarının bu şekilde malzemeden uzaklaştırılması sıçratma olarak bilinir. Sıçratılan iyonların bazıları taban malzeme yüzeyine giderek orada birikir ve bir film oluşturur. Sıçratma sırasında hedef yüzeyine pozitif yüklü iyonların çarpması ile başka ara etkiler de meydana gelebilir. Örneğin çarpmanın etkisi ile çıkan ikincil elektronlar, nötr haldeki sıçratma gazı atomlarının ilave iyonizasyonuna neden olabilir. Sıçratma ile birçok malzeme başarılı bir şekilde biriktirilmesine rağmen, birikme hızının ve plazma içindeki iyonlaşma etkisinin düşük olması, taban malzeme sıcaklığının yükselmesi sistemin kullanımını sınırlamıştır (Arnell and Kelly 1997; Grainger and Blunt 1998).

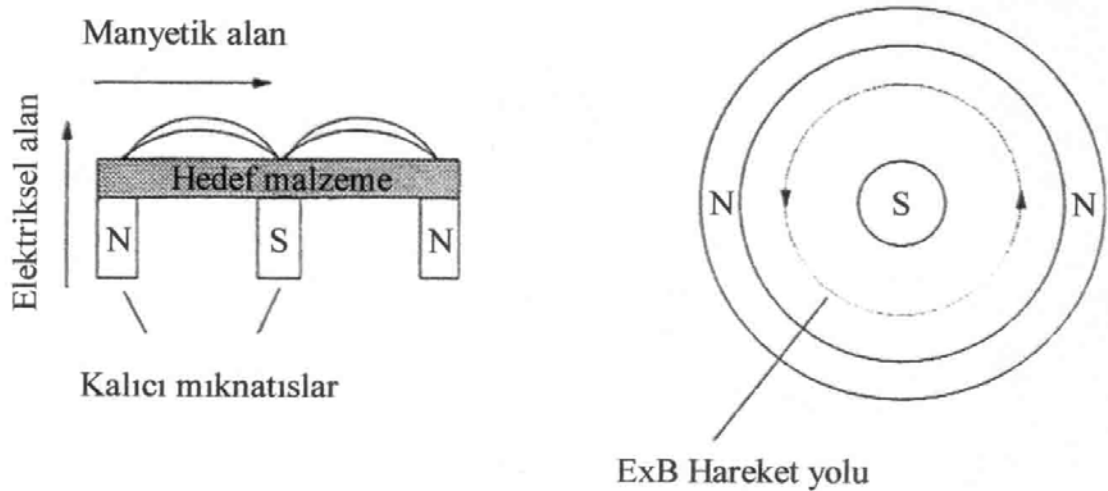
Son yıllarda sıçratma teknolojisindeki gelişmelerin çoğu, manyetik alanda yapılmıştır. Bunun nedeni, manyetik alanda sıçratma yöntemi ile yapılan kaplamaların, mikro

elektronik, optik, türbin kanatları, manyetik ve optik diskler, kesici takımlar, aşınmaya maruz kalan makine parçaları ve solar kontrol endüstrisi gibi birçok endüstriyel alanda kullanılmasıdır (Arnell and Kelly 1997; Grainger and Blunt 1998).

2.3.2. Manyetik alan sistemleri

Bu yöntemde hedef malzemesi, su soğutmalı mıknatıs veya elektro mıknatıslardan oluşan tutucunun üzerine yerleştirilmiştir. Hedefin merkez eksenine, mıknatısın bir kutbunu oluşturur. İkinci kutbu ise, hedefin kenarlarına yerleştirilen mıknatıslar tarafından halka şeklinde oluşturulur. Mıknatısların bu şekilde düzenlenmesi, elektrik ve manyetik alanların hedef üzerinde birbirine dik olmasını sağlar (Cansever 2001).

Manyetik alanlar dairesel veya dikdörtgen şeklinde düzenlenebilir. Dairesel düzenli manyetik alanlardaki manyetik alanın şekli ve hareket yolu Şekil 2.9'da gösterilmiştir. Hareket yolunu ifade eden $E \times B$ değerinde, E elektrik alanı, B ise manyetik alanı ifade etmektedir. $E \times B$ hareket yolu hedef yüzeyine paraleldir ve kapalı halka oluşturur. Böylece iyon bombardımanı ile katod yüzeyinden yayılan ikincil elektronlar, bu bölgede özellikle tutularak iyonizasyonun artmasına ve plazmanın daha yoğun olmasına neden olurlar (Kelly *et al.* 1993; Arnell and Kelly 1997).



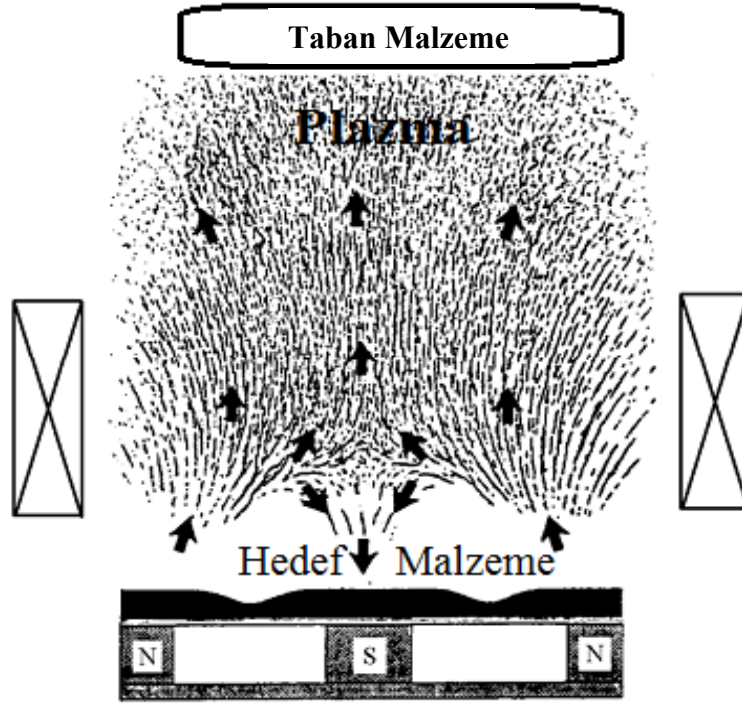
Şekil 2.9. Dairesel düzenli manyetik alan

Manyetik alanda sıçratma, çok tabakalı film büyütme için elverişli bir yöntemdir. Çünkü bu yöntem, kaplama işlemi sırasında sıcaklık, film kalınlığı, kaplama oranı ve gazın kimyasal bileşimi gibi kaplama parametrelerinin iyi bir şekilde kontrolünü sağlamaktadır. Çok tabakalı filmlerin büyütülmesinde genellikle çok hedefli sıçratma sistemleri kullanılmaktadır. Zambrano ve arkadaşları, çok tabakalı filmlerin büyütülmesi için çok hedefli sıçratma sistemlerinin zorunlu olduğunu ifade etmişlerdir (Zambrano *et al.* 2003).

Manyetik alanda sıçratma yöntemleri, dengeli ve dengesiz manyetik alanda sıçratma adı altında iki genel grupta toplanır. Yöntemler temelde aynı olmasına rağmen, hedef malzeme önünde oluşturulan plazmanın kapanma şeklindeki farklılık nedeniyle birbirinden ayrılmaktadır (Cansever 2001).

2.3.3. Dengesiz manyetik alan sistemleri

Window and Savvides (1986)'da, geleneksel manyetik alan yönteminde mıknatısların manyetik alan konfigürasyonunu değiştirerek bu yöntemi geliştirmişlerdir. Dengesiz manyetik alan yönteminde, manyetik alanın dış mıknatısları, merkezdeki mıknatısa göre daha kuvvetli seçilerek plazmanın manyetik alan çizgilerini takip etmesi ve taban malzemeye kadar yayılması sağlanabilir (Şekil 2.10). Manyetik alanın dengesini bu şekilde bozarak, plazmanın, hedef ve taban malzeme arasında, manyetik alan yardımıyla kapanması sağlanır. Böyle bir konfigürasyon, sıçratma sırasında üretilen ikincil elektronlardan çoğunun, manyetik alan çizgileri boyunca hedef malzemeden taban malzeme doğru gitmesini sağlar. Pozitif iyonlar da elektrostatik çekimle elektronları takip edeceğinden taban malzeme yakınında iyonizasyon gelişir ve taban malzeme yüzeyindeki iyon bombardımanı artar (Window and Savvides 1986; Monaghan and Arnell 1992; Kelly and Arnell 1993; Arnell and Kelly 1997; Musil 1998).



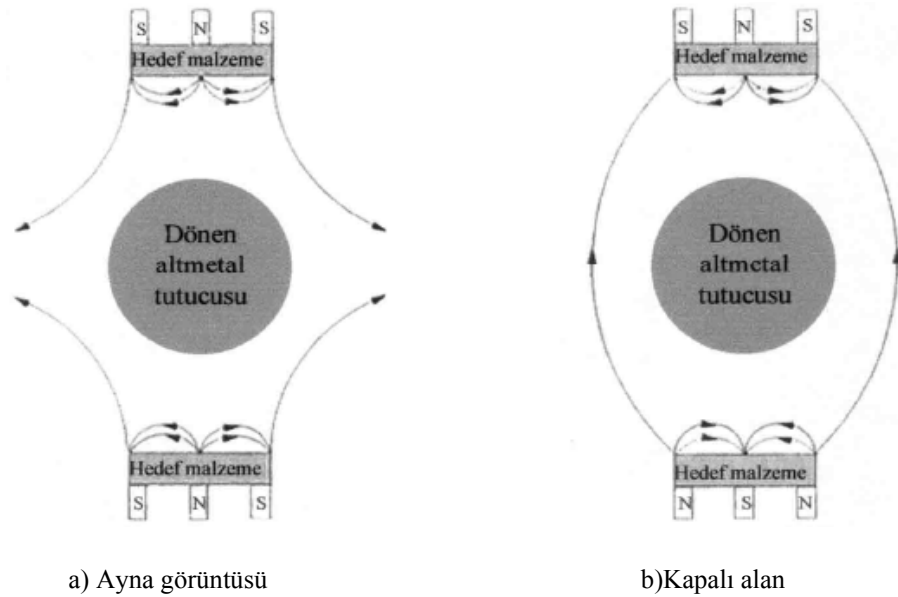
Şekil 2.10. Mıknatıslı katot önünde dengesiz manyetik alanın oluşumu

Biriken filmin iyon bombardımanını daha fazla arttırabilmek için ilave manyetik alan düzenekleri de kullanılmıştır. Taban malzemenin arkasına, merkezi kutupla zıt kutuplu mıknatıslar, elektromıknatıslar veya dış kutupların mukavemetini arttırmak için kuvvetli toprak mıknatıslar yerleştirilerek iyon enerji akımı arttırılabilir (Monaghan and Arnell 1992; Musil 1998).

Yine de tek mıknatıs kaynağı kullanarak karmaşık şekilli parçalar üzerine üniform kaplama yapmak oldukça zordur. Bu nedenle dairesel birikme odasının duvarlarına birden fazla dikdörtgen mıknatıslar monte edilerek, taban malzemenin mıknatısların arasında kalması ve böylece kaplamanın homojenliğinin kontrolü sağlanır. Bunun için birden fazla manyetik alan sistemi bir araya getirilerek kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma yöntemi geliştirilmiştir (Kelly *et al.* 1993).

2.3.4. Kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma (CFUBMS)

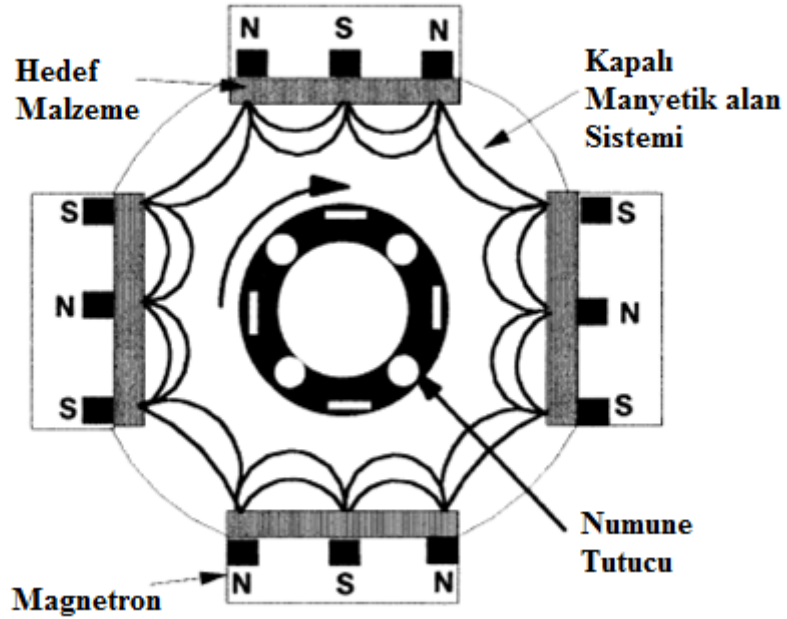
Kapalı alan dengesiz manyetik alan sisteminde, iki veya daha fazla manyetik alan vardır. İki tane dengesiz manyetik alan birbirine ters olacak şekilde, yani aynı kutuplar karşılıklı (ayna görüntüsü) veya zıt kutuplar karşılıklı (kapalı alan) olacak şekilde yerleştirilerek (Şekil 2.11) çiftli manyetik kapalı alan meydana getirilir. Böyle bir düzende, çizgileri takip eden ikincil elektronlar plazma dışına kaçabilir. Sonuçta taban malzeme bölgesinde plazma yoğunluğu düşer ve birikme sırasında iyon bombardımanı azalır (Kelly *et al.* 1993; Sproul 1996; Arnell and Kelly 1999).



Şekil 2.11. Çiftli manyetik alan sistemlerinde manyetik alan düzeni

Manyetik alanda sıçratma yöntemleri içinde en pratik ve çok yönlü olan bu yöntem, büyük ve karmaşık şekilli taban malzemeler üzerine yüksek birikme hızlarında kaliteli metal ve alaşım kaplamanın yanı sıra çok katlı tabakalar oluşturmak, oksit, nitrür ve karbür gibi seramik kaplama yeteneğine de sahiptir. Teer geliştirdiği çoklu manyetik alan düzenleriyle karmaşık parçalar üzerine titanyum nitrür, alaşım nitrürleri/karbürleri, elmas benzeri karbon ve molibden disülfür biriktirmek için kullanmışlardır. Homojen bir birikme sağlamak için dönen parçanın etrafına dörtlü dengesiz manyetik alan

yerleştirilmiştir (Şekil 2.12). Böyle bir düzende, komşu manyetik alanlardaki farklı mıknatıs polariteleri, manyetik alanın kapanmasını sürekli yaparak kapalı alan oluşmasını sağlamaktadır (Teer 1991; Kelly *et al.* 1993; Window 1995; Lating 1999).



Şekil 2.12. CFUBMS sisteminin şematik görünümü (Teer 1991)

Kaliteli ve üniform birikme, mıknatısları numune etrafına yerleştirerek sağlanabildiği gibi, birikme sırasında mıknatıslar etrafında birkaç eksenle dönebilen (1,2 veya 3 eksenli) numuneler kullanılarak da yapılabilir. Numunenin iki eksenle dönmesi, karmaşık şekilli parçalarda üniformluğun çok iyi kontrolü ve karmaşık nitrür alaşımlarının (örneğin: TiZrN, CrZrN, CrAlN) ve çok tabakalı yapıların (örneğin: TiN/AlN, CrN/AlN, CrN/TiAlN, TiBN/TiB₂) birikmesi için gereklidir (Rother *et al.* 1999).

CFUBMS sistemlerinin kullanımı aynı zamanda, çok tabakalı yapılara sahip kaplamaların hem kaplama/tabana malzeme ara yüzeyi, hem de kaplama yüzey özelliklerinin optimize edilebilmesine imkan sağlamaktadır. Böylece mükemmel

kaplama-taban malzeme adezyonuna sahip çok yüksek performanslı kaplamalar üretmek mümkündür (Ahmed *et al.* 1996; Arnell and Kelly 1999; Cooke *et al.* 2004).

Literatür özetlerinde görüldüğü gibi, CFUBMS yöntemiyle büyütülen CrN/AlN çok tabakalı kaplamalar ile ilgili birçok çalışma yapılmış olmasına rağmen, kaplama sonrası oluşan CrN ve AlN faz yapıları ve özellikleri, malzemeye kazandırılmış olan mekanik ve tribolojik özellikler tam olarak aydınlatılmış değildir. Bu alandaki eksikliği gidermek için CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların mekanik ve tribolojik (farklı test ortamlarında) özelliklerini iyileştirmek ve kaplama prosesini optimize etmek amacıyla bu çalışma yapıldı.

Bu çalışmada, AISI D2 takım çeliği üzerine Taguchi deney tasarımı kullanılarak dokuz farklı kaplama şartında CFUBMS sistemi ile büyütülmüş CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların yapısal ve mekanik özellikleri ile farklı ortamlardaki (saf su, nemli hava ve kuru azot) tribolojik özellikleri araştırılmıştır. Sentezlenen filmde, kristalografik yönlenmenin araştırılmasında X ışını kırınım ölçer (XRD), film dokusu ve kalınlığın saptanmasında taramalı elektron mikroskop (SEM), kimyasal kompozisyonun analizinde enerji dağılım spektrometresi (EDS), mekanik özellikler nanosertlik cihazı, tribolojik özellikler pin-on-disk aşınma cihazı, yüzey pürüzlülüklerinin ve aşınma oranlarının tespitinde yüzey profilometre kullanılarak tespit edilmiştir. Büyütülen filmlerden beklenen özellikler ise düşük sürtünme ve aşınma oranları, yüksek sertlik ve aşınma ömrü, iyi adezyona sahip bir film yapısı sunmasıdır.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

Bu çalışmada, CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların yapısal, mekanik ve tribolojik özelliklerin araştırılması için taban malzeme olarak AISI D2 (DIN X155 CrVMo 12 1, DIN 1.2379) soğuk iş takım çeliği ve cam lamalar kullanılmıştır.

D2 takım çeliği genellikle merdane, kasnak ve hadde silindiri gibi yuvarlanan yatak elemanlarda, matkap ve zımbalarda, kesme, bükme, şekil verme, kalıplama, düzeltme yapan makinelerde ve kesme bıçaklarında (örneğin kağıt kesme) kullanılan aşınmaya karşı dirençli yüksek karbonlu soğuk iş takım çeliğidir. Çizelge 3.1’de çalışmada kullanılan çeliğin kimyasal bileşimi verilmiştir.

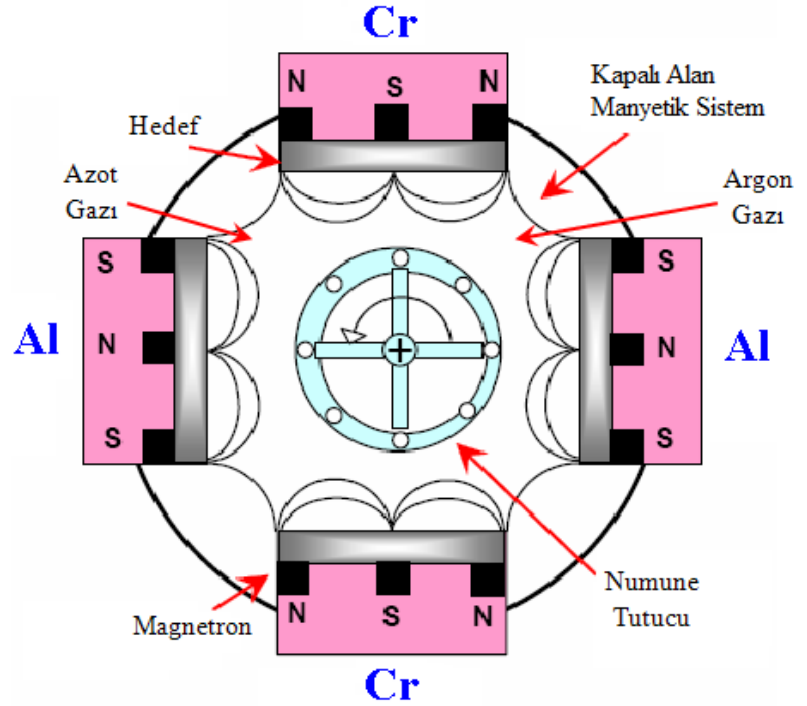
Taban malzemeler, büyük taneli zımparadan küçük taneli zımparaya doğru sırasıyla 220, 400, 600, 800 ve 1200 mesh SiC zımparalar ile kaba parlatılmaya tabi tutulduktan sonra, $Ra \leq 0,05 \mu m$ pürüzlülük değerine ulaşmaya kadar α -alümina (0,03 ve 0,05 μm) tozları ile ince parlatma işlemi yapılmıştır. Mekanik yüzey hazırlama işleminden sonra ultrasonik banyoda etil alkol içerisinde 10 dk temizlenip kurulan taban malzemeler %5 nital çözeltisi içerisinde 15sn süreyle dağlamaya tabi tutulmuştur.

Çizelge 3.1. AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin (wt.%) kimyasal bileşimleri

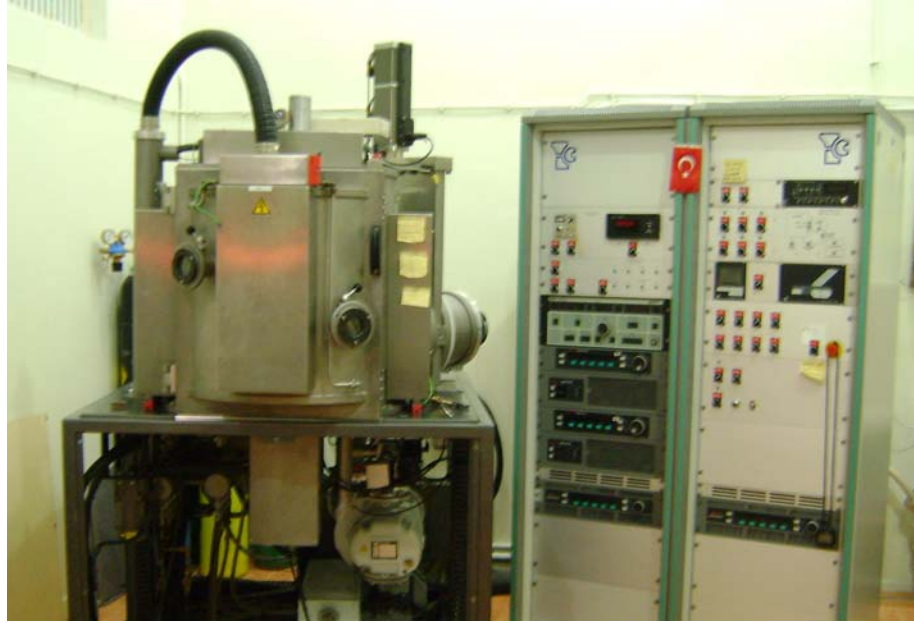
Taban Malzeme	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	P	S
AISI D2	1,55	0,30	0,35	12	0,75	1,00	0,05	0,05

3.2. Kaplama

Kaplama işlemi Şekil 3.1’de şematik olarak gösterilen, Teer Coating Ltd. (Teer UK Patent 1991, Şekil 3.2) tarafından üretilmiş Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma Sistemi (CFUBMS) ile gerçekleştirilmiştir. Kaplama parametreleri Çizelge 3.3. de verilmiştir. Hedefler arasında dönen D2 ve cam lama taban malzemeler üzerine CrN/AlN çok tabakalı filmler doğru akım (dc) manyetik alanda sıçratma ile büyütülmüştür. Kaplama işlemi için kullanılacak proses parametreleri literatürden faydalanılarak farklı seviyelere göre seçilmiş ve bu parametrelerin ve seviyelerinin optimizasyonu Taguchi optimizasyon yöntemine göre yapılmıştır (Sonuçlar Taguchi deney tasarımına göre değerlendirilmemiştir).



Şekil 3.1. Kapalı Alan Dengesiz Manyetik Alanda Sıçratma Sistemi (CFUBMS)



Şekil 3.2. Teer Coating Ltd. tarafından üretilen kaplama cihazı

Çizelge 3.2. Çok tabakalı CrN/AlN filmlerin şematik kaplama düzeneği

CrAlN, 21. tabaka için: 7 dk
CrN
AlN
Toplam 20 tabaka CrN ve AlN, Herbir tabaka için: 3,5 dk
AlN
CrN
Cr
Taban Malzeme

Çizelge 3.3. Kaplama parametreleri

DEĞİŞKEN PARAMETRELER	SEVİYELER		
	1	2	3
Taban malzeme bias (-V)	50	100	150
Çalışma basıncı ($\times 10^{-3}$ Torr)	2	2.5	3
Cr Hedef akımı (A)	1.5	2	2.5
Al Hedef akımı (A)	0.5	1	1.5
SABİT PARAMETRELER			
N ₂ (Azot) akış Oranı (%)	CrN=20 (5 sccm)	AlN=10 (2,5sccm)	CrAlN=20 (5sccm)

Deney No	Taban malzeme bias (-V)	Çalışma basıncı $\times 10^{-3}$ Torr	Cr hedef akımı (A)	Al hedef akımı (A)
1	50	2 (0.27 Pa)	1.5	0.5
2	100	2 (0.27 Pa)	2	1
3	150	2 (0.27 Pa)	2.5	1.5
4	50	2.5 (0.33 Pa)	2.5	1
5	100	2.5 (0.33 Pa)	1.5	1.5
6	150	2.5 (0.33 Pa)	2	0.5
7	50	3 (0.4 Pa)	2	1.5
8	100	3 (0.4 Pa)	2.5	0.5
9	150	3 (0.4 Pa)	1.5	1

CrN/AlN çok tabakalı filmler Çizelge 3.2’de verilen kaplama düzeneğinde Çizelge 3.3’de verilen proses parametrelerine göre kaplanmıştır. CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların büyütülmesi sürecinde, iyonlaşma için argon soy gazı ile reaktif N₂ gazı birlikte kullanılmış ve Şekil 3.1’de gösterildiği gibi kapalı alan dengesiz manyetik alan sistemi içerisine iki Cr ve iki Al hedef yerleştirilmiştir. Kaplama esnasında taban

malzemeler numune tutucu tarafından döndürülmektedir. CrN/AlN çok tabakalı kaplamalar büyütülmeden önce taban malzeme yüzeyinde bulunabilecek kirlilikleri gidermek amacıyla taban malzemeler 20 dk plazma içinde argon iyonu ile temizlenmiş (ion cleaning) ve iyon temizleme işleminde argon soy gazı kullanılmıştır. Taban malzeme üzerine daha iyi temas sağlamak, film-taban malzeme ara yüzeyinde oluşacak artık gerilmeleri azaltmak ve adezyonu iyileştirmek, yük taşıma kapasitesini ve oksidasyon direncini artırmak (Pan *et al.* 1998) için 5 dakika süre ile Cr ara tabakası kaplanmıştır (50-100 nm). Daha sonra iki Cr ve iki Al hedefe 3,5 dk arayla akım verilerek sırayla CrN ve AlN tabakaları oluşturulmuştur. Toplamda 21 kat kaplama yapılmıştır. En üst yüzeydeki 21. tabakada ise dört hedefe birden akım verilerek 7 dakika süre ile CrAlN kompozit kaplama büyütülmüştür. Kaplamanın yoğunluğunu ve üniformluğunu sağlamak, adezyonu artırmak için taban malzemeye -50 V ile -150 V arasında negatif voltaj uygulanmıştır.

3.3. Yapısal Özelliklerin İncelenmesi

3.3.1. Optik mikroskop ve SEM çalışmaları

Çelik taban malzemelerin kaba ve ince parlatılması sırasında yüzey yapısının incelenmesi için Şekil 3.3'deki optik mikroskop kullanılmıştır. D2 taban malzemelerin üzerine kaplanmış CrN/AlN çok tabakalı filmlerin mikro yapısı, kalınlığı, pin-on-disk (disk üzerinde pimin aşındırma yapması) aşınma testlerinde kullanılan pimin yüzeyinde oluşan transfer filminin ve aşınma testleri sonucunda filmlerde oluşan aşınma izlerinin incelenmesinde Taramalı Elektron Mikroskop (Jeol 6400-SEM, Şekil 3.4) kullanılmıştır.



Şekil 3.3. Optik mikroskop



Şekil 3.4. Taramalı elektron mikroskobu (Jeol 6400-SEM)

3.3.2. XRD alıřmaları

D2 taban malzeme zerine, dc manyetik alanda sıçratma yntemi ile bytlen CrN/AlN ok tabakalı filmlerin kristalografik ynlenmelerinin tespitinde, $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$ (0,154 nm) dalga boyuna sahip Cu-K α radyasyon kaynaklı Rigaku-2000D/Max XRD (X ışını kırınım ler, řekil 3.5) cihazı kullanılmıř olup, alıřma řartları olarak 0-100 derece tarama aısı aralıęında, 2 derece/dk tarama hızında gerekleřtirildi. Filmlerden elde edilen grafikler, XRD cihazını kontrol eden bilgisayarda mevcut standart JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pik listeleri ile karřılařtırılarak deęerlendirildi.



řekil 3.5. X ışını kırınım ler

3.3.3. EDS çalışmaları

EDS (Energy Dissipative X-ray spectroscopy, Enerji Dağılımlı X-ışını spektroskopisi) analizi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Laboratuvar'ında ki Carl Zeiss Evo-40 SEM with EDX model Taramalı Elektron Mikroskop cihazı (Şekil 3.6) ile gerçekleştirildi.

D2 taban malzeme üzerine kaplanmış CrN/AlN çok tabakalı filmlerin yapı içerisinde bulunan elementlerin yüzde miktarlarının tespiti ve stokiyometrik (oransal bileşim) analizi yapıldı. Ayrıca kaplamaların film kalınlıkları doğrulandı.



Şekil 3.6. Taramalı Elektron Mikroskop (Carl Zeiss Evo-40 SEM with EDX)

3.4. Mekanik Özelliklerin İncelenmesi

3.4.1. Nano sertlik ölçümleri

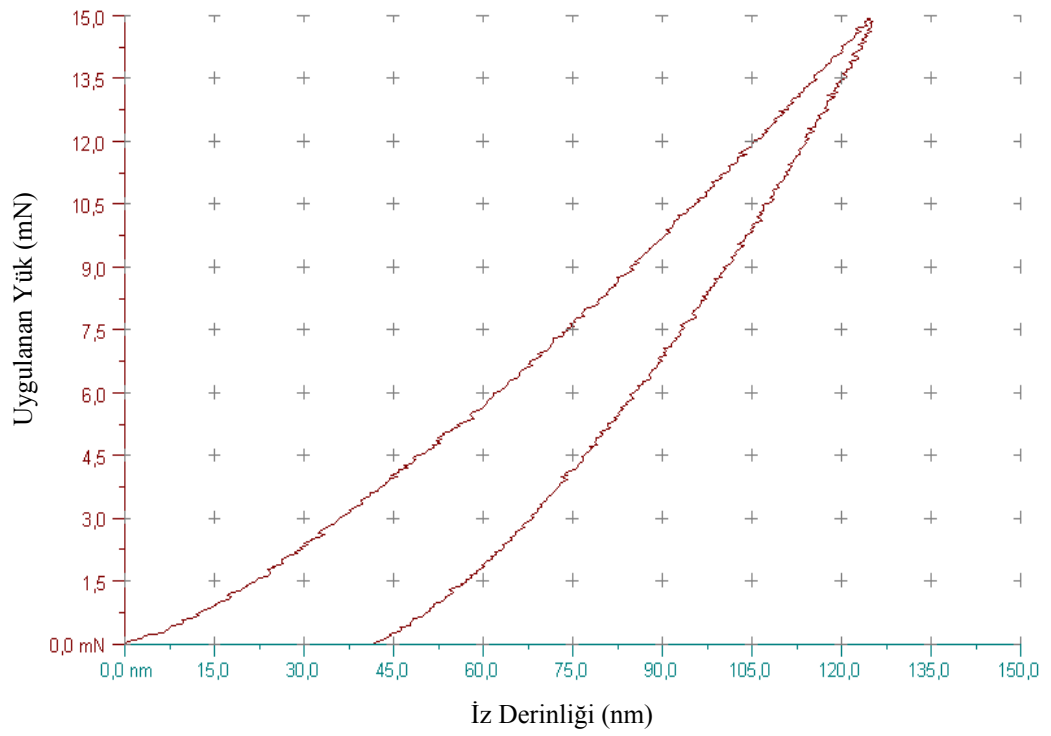
Numunelerde kaplamanın sertliği taban malzemenin sertliğinden bağımsız olarak ölçüldü. Sertlik ölçümleri, Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Yüzey Teknolojileri Araştırma ve Uygulama Laboratuvar'ında ki CSM model nano sertlik ölçüm cihazı (Şekil 3.7) ile gerçekleştirildi.

Nano sertlik ölçümü ince kaplamaların yüksek hassasiyette sertliklerinin ve mekanik özelliklerinin ölçülmesinde kullanılır. Çizilen yükleme-boşaltma eğrisi ve batıcı ucun temas alanından faydalanarak sertlik ve elastiklik modülü değerleri hesaplanır. Örnek olarak Şekil 3.8'de R3'e ait nano sertlik testinden elde edilen yükleme-boşaltma eğrisi verilmiştir. Teorikte grafik Şekil 3.8'de görüldüğü gibi orijinden başlamalıdır. Ancak bazı kaplamalarda sıfırdan başlamadığı görülür. Bunun sebebi kaplamaya batan ucun (elmas uç) çukur ya da çatlağa denk gelmesidir. Bu durumda, beklenen değerden daha düşük sertlik değeri elde edilir. Numunenin farklı bölgelerinden alınan ölçümlerin ortalama değeri sertlik değeri olarak kaydedilir.

CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların ölçümünde 0,1 μm yarıçaplı Vickers elmas uç 5, 10, 15 mN yükler altında 10 mN/s yükleme hızında 10 saniye boyunca film yüzeyine bastırılarak yük-iz derinliği (yükleme-boşaltma eğrisi) grafikleri elde edildi. Bu grafiklerden faydalanılarak Oliver-Pharr yöntemi ile filmlerin elastiklik modülü ve nano sertlik değerleri tespit edildi.



Şekil 3.7. Nano sertlik cihazı



Şekil 3.8. Nano sertlik ölçümlerinde elde edilen örnek yük-iz derinliği (yükleme-boşaltma eğrisi) grafiği

3.5. Tribolojik Özelliklerin İncelenmesi

3.5.1. Aşınma testi

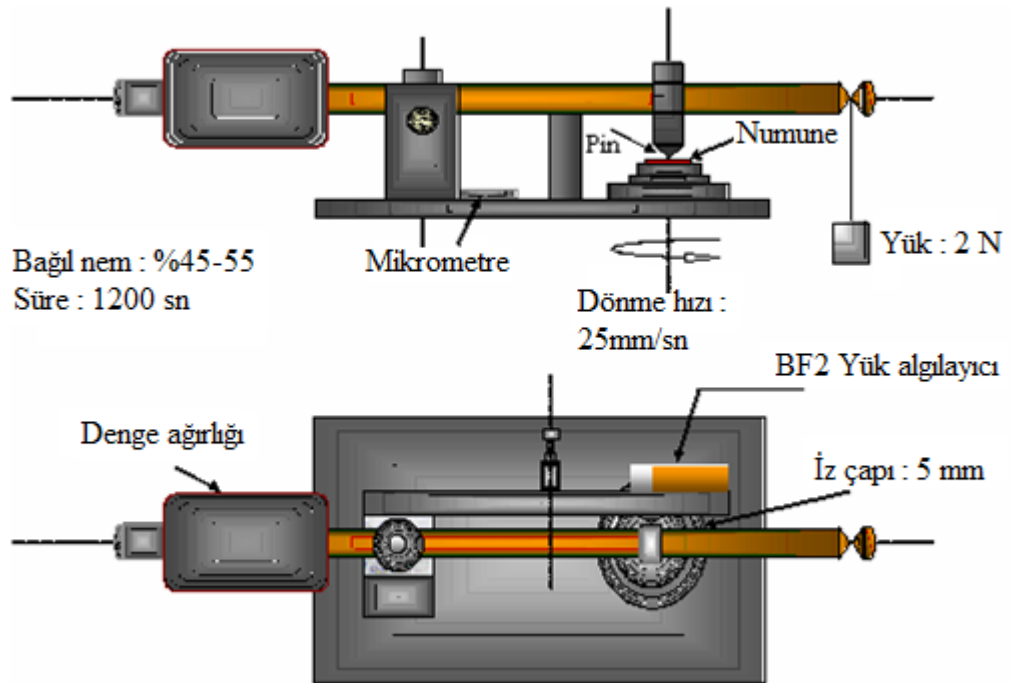
D2 taban malzeme üzerine kaplanmış CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların tribolojik özelliklerini belirlemek için pin-on-disk aşınma cihazı (Teer POD-2 pin-on-disc, Şekil 3.9) kullanılmıştır. Bilgisayar kontrollü pin-on-disk cihazının önden ve üstten görünüşü Şekil 3.10'da şematik olarak gösterilmiştir. CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların sürtünme ve aşınma özelliklerini belirlemek için filmler bağıl nemi yaklaşık 50 ± 5 olan nemli hava, oda sıcaklığındaki kuru azot (N_2) ve 80 ml saf su olmak üzere 3 farklı atmosferde tribotest deneylerine tabi tutulmuştur. Bütün deneyler kayma kontağında 5 mm çapındaki WC-%6Co (Tungsten karbür) kürelerle, 25 mm/sn kayma hızında ve 2 N'luk yük altında yapılmıştır. Sürtünme ve aşınma deney parametreleri Çizelge 3.4'de verilmiştir. Aşınma deneyleri sırasında BF2 yük algılayıcı (load transducer) yardımıyla algılanan sürtünme kuvvetleri, bilgisayar ortamına atılarak sürtünme kuvveti-süre ve sürtünme katsayısı-süre grafikleri şeklinde görüntülenmiştir. Bu işlemler, aşınma cihazına bağlı özel elektronik kartlar ve bilgisayara yüklenmiş özel paket program vasıtası ile otomatik olarak gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.4. Sürtünme ve aşınma deney parametreleri

Parametreler	Deney şartları
Uygulanan yük, N	2
Hız, mm/sn	25
İz çapı, mm	5
Test ortamı	Nemli hava, Kuru azot(N_2), Saf su
Ortam sıcaklığı, °C	18-20
İzafi nem, %RH	45-55
Test süresi, s	1200
Yüzey pürüzlülüğü, Ra μ m	< 0,05
Pin çapı (WC-%6Co), mm	5



Şekil 3.9. Teer POD-2 pin-on-disc cihazı



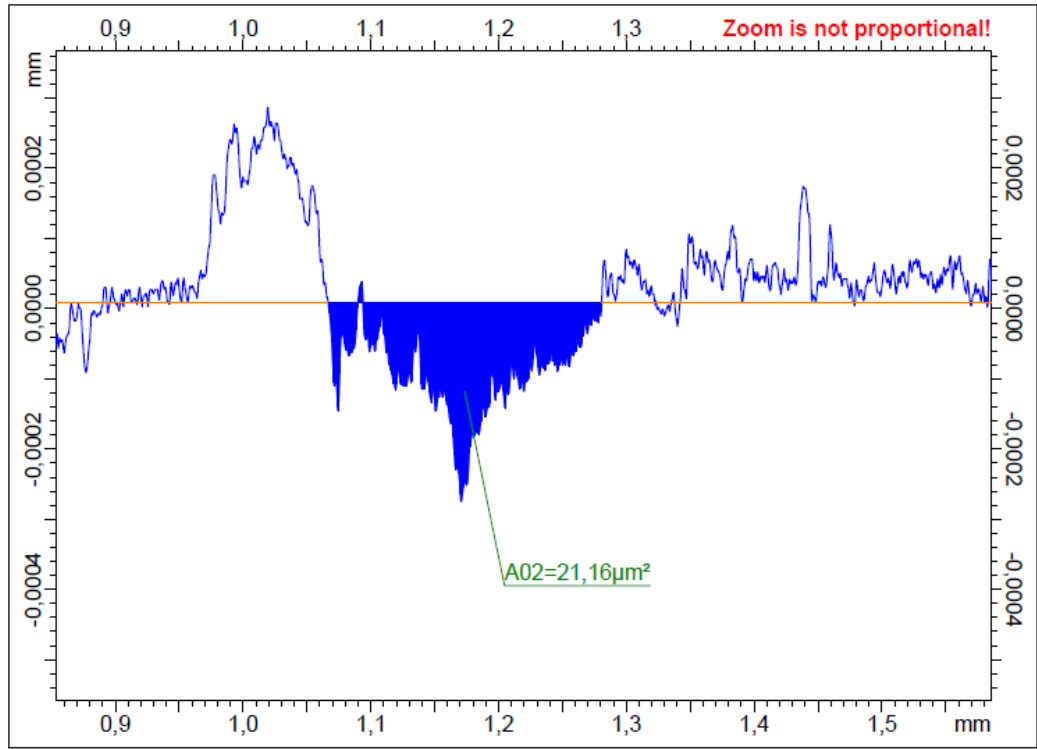
Şekil 3.10. Aşınma deneylerinde kullanılan pin-on-disk cihazının önden ve üstten şematik görünüşü

Aşınma deneyi sonrasında kaplanmış yüzeye ait bir örnek aşınma profili Şekil 3.11’de verilmiştir. Bu profiller Mahr yüzey profilometre cihazı (Şekil 3.12) kullanılarak belirlenmiştir. Aşınma profili her deney için en az üç defa ölçülmüş ve ortalaması alınarak aşınma hacmi hesaplanmış ve daha sonra aşınma oranını hesaplamak için Archard eşitliği kullanılmıştır.

$$\text{Kaplamanın Aşınma Oranı} = \text{Aşınan hacim}/(\text{Uygulanan yük} \cdot \text{Aşınma mesafesi}) \quad (1)$$

$$\text{Aşınma Mesafesi} = \text{Aşınma izinin çevresi} \cdot \text{Dönme devri} \cdot \text{Aşınma zamanı} \quad (2)$$

İfade edilen aşınma oranına ilgili kaynaklarda aşınma katsayısı da denilmekte ve K ile gösterilmektedir. Bu katsayı, hacimsel aşınmanın temas yükü ve kayma mesafesi ile doğru orantılı olduğunu ifade etmektedir. Holmberg and Matthews (1994)’de, bu aşınma katsayısını aşınma testlerinde bir standart olarak kabul etmişlerdir ve günümüzde deney numunelerini standartlara göre karşılaştırmak için bu katsayı kullanılmaktadır.



Şekil 3.11. Tribo-test sonrası örnek aşınmış bölge yüzey profili



Şekil 3.12. Mahr yüzey profilometre cihazı

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

4.1. Filmin Yapısal Özellikleri

4.1.1. Film yapısı (morfoloji) ve kalınlıkları

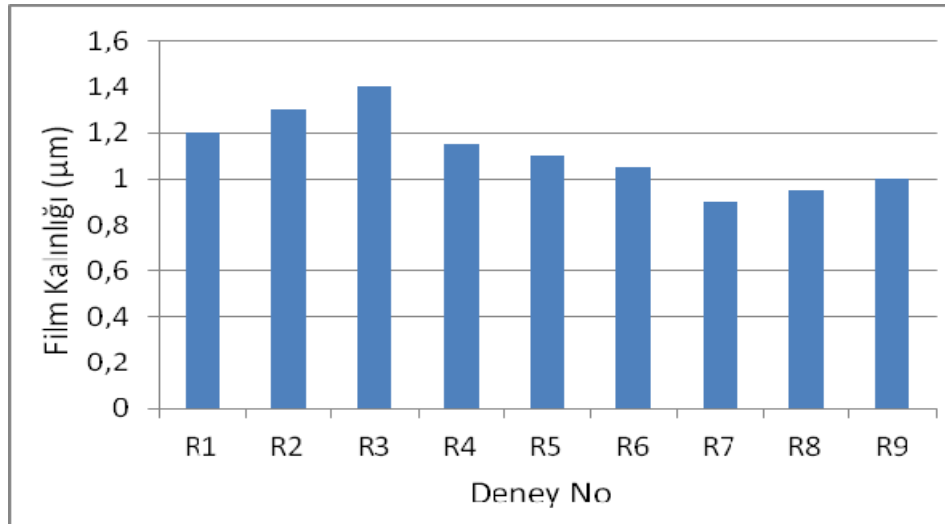
CFUBMS ile D2 çelik taban malzemeler üzerine dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan CrN/AlN çok tabakalı filmlerin örnek kaplama yüzeyi Şekil 4.1’de, kalınlıkları Şekil 4.2’de ve SEM kesit görüntüleri Şekil 4.3’de verilmiştir. Filmlerin kalınlıkları, kırılma yüzeylerinden SEM görüntüleri alınarak tespit edilmiştir. Üretilen kaplamalar açık gri ve parlak bir yüzey görünümünde elde edilmiştir.

Çok tabakalı kaplama büyütülmeden önce, Cr ara tabakası büyütülmüştür. Bu ara tabaka D2 taban malzeme ile CrN tabaka arasındaki adezyon (yapışma) gücünü artırmak için yapılmıştır (Tien *et al.* 2007). Manyetik alanda sıçratma yöntemi ile elde edilen CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların bütün deneylerde yoğun sütunlu bir yapı sergilediği ve kaplama yüzeyinin pürüzsüz bir yapıda olduğu görülmüştür. Yoğun sütunlu bir film tabakası elde edilmesi, kapalı alan dengelenmemiş manyetik alanda sıçratma yöntemi vasıtasıyla, taban malzemenin yüksek enerjili Cr ve Al hedeflerden çıkan iyonlarıyla bombardımana tutulmuş olması ile açıklanabilir. Ayrıca taban malzemeye verilen gerilim, plazma bölgesi içersindeki iyonların yoğun bir film tabakası oluşturacak şekilde taban malzeme üzerine düşürülmesini sağlamıştır.



Şekil 4.1. CrN/AlN çok tabakalı filmlere ait örnek (R2) SEM mikroyapı görüntüsü

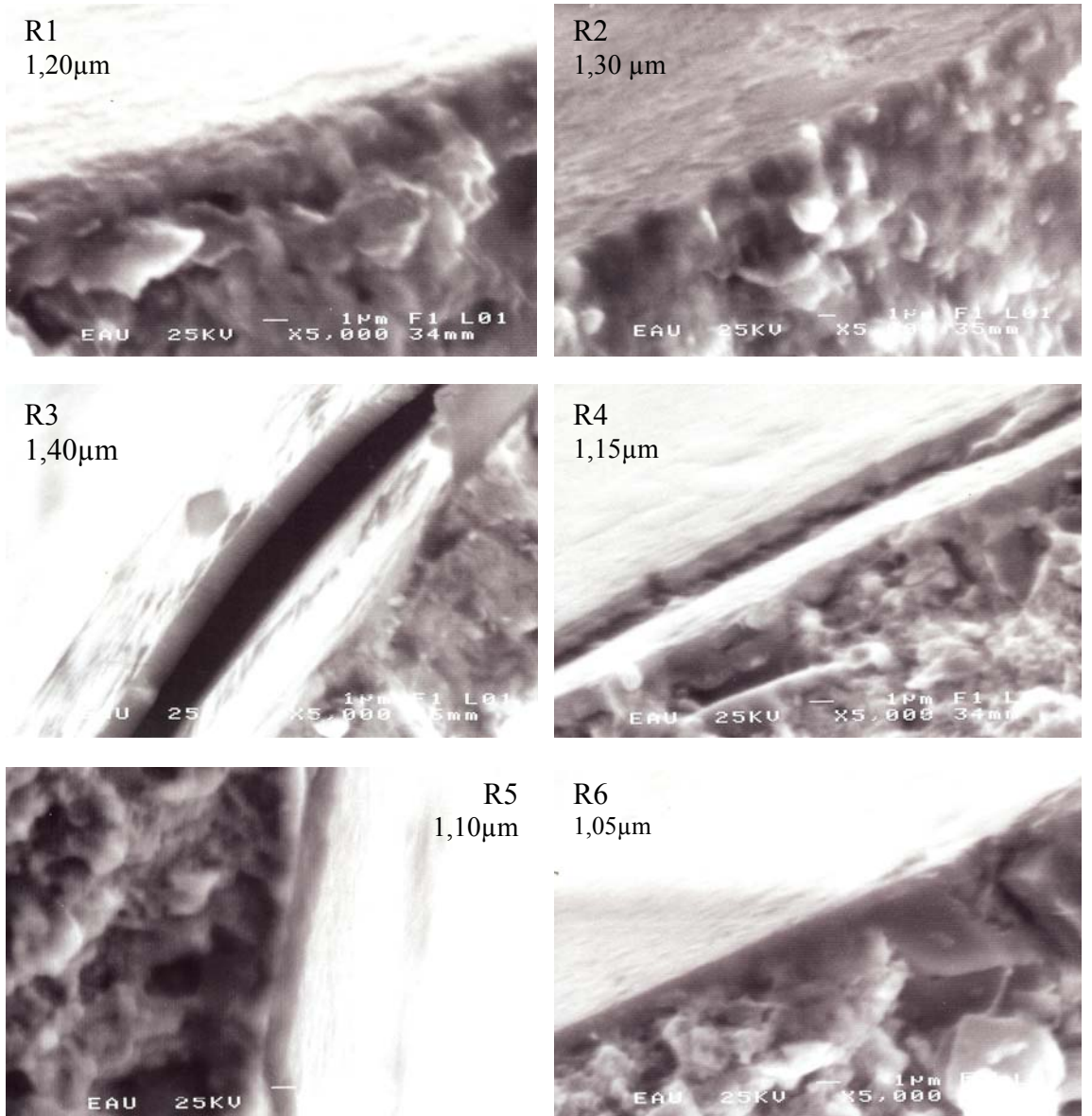
Yine, taban malzemelerin döndürülmesi ile yüzeydeki parçacık hareketinin arttığı ve yüzey yayılımı için daha fazla zaman bulduğu ve böylece düşük boşluk içeriğine sahip yoğun filmler elde edildiği düşünülmektedir (Li *et al.* 2002; Lee *et al.* 2004).



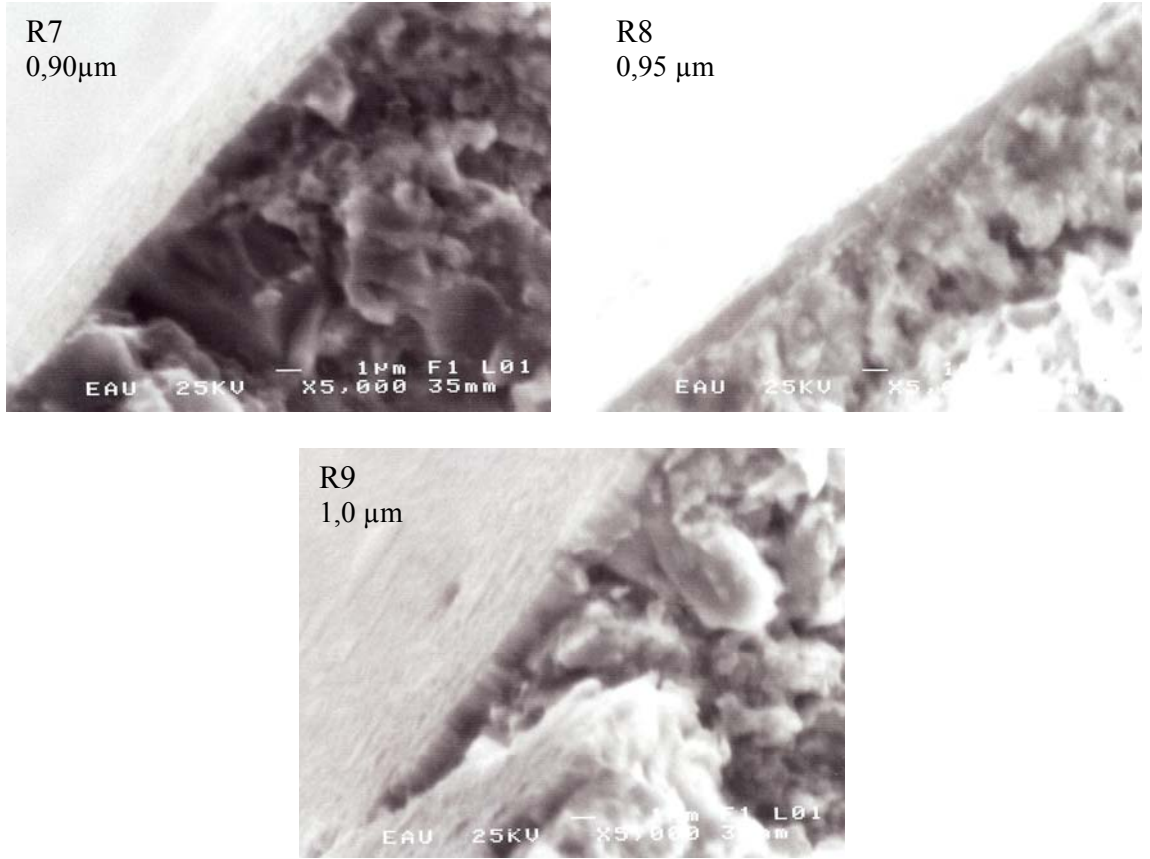
Şekil 4.2. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin kalınlıkları

CrN/AlN çok tabakalı kaplamalardaki saçak görünümü CrN ve AlN tabakaların süper kafes formunda olduğunu gösterir (Park and Baik 2005). Kaplamalardaki CrN ve AlN

tabakaların net görülememesinin sebebi, taramalı elektron mikroskobundan (SEM) 5000x büyütmede netliği koruyarak görüntü alınması olabilir. Literatürde transmisyon elektron mikroskop (TEM) kullanılan çalışmalarda netliği koruyarak 1000000x'e kadar büyütme yapılan filmlerde tabakalar açık bir şekilde görülmektedir (Cabrera *et al.* 2011).



Şekil 4.3. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülen CrN/AlN çok tabakalı filmlerin SEM görüntüleri ve kaplama kalınlıkları



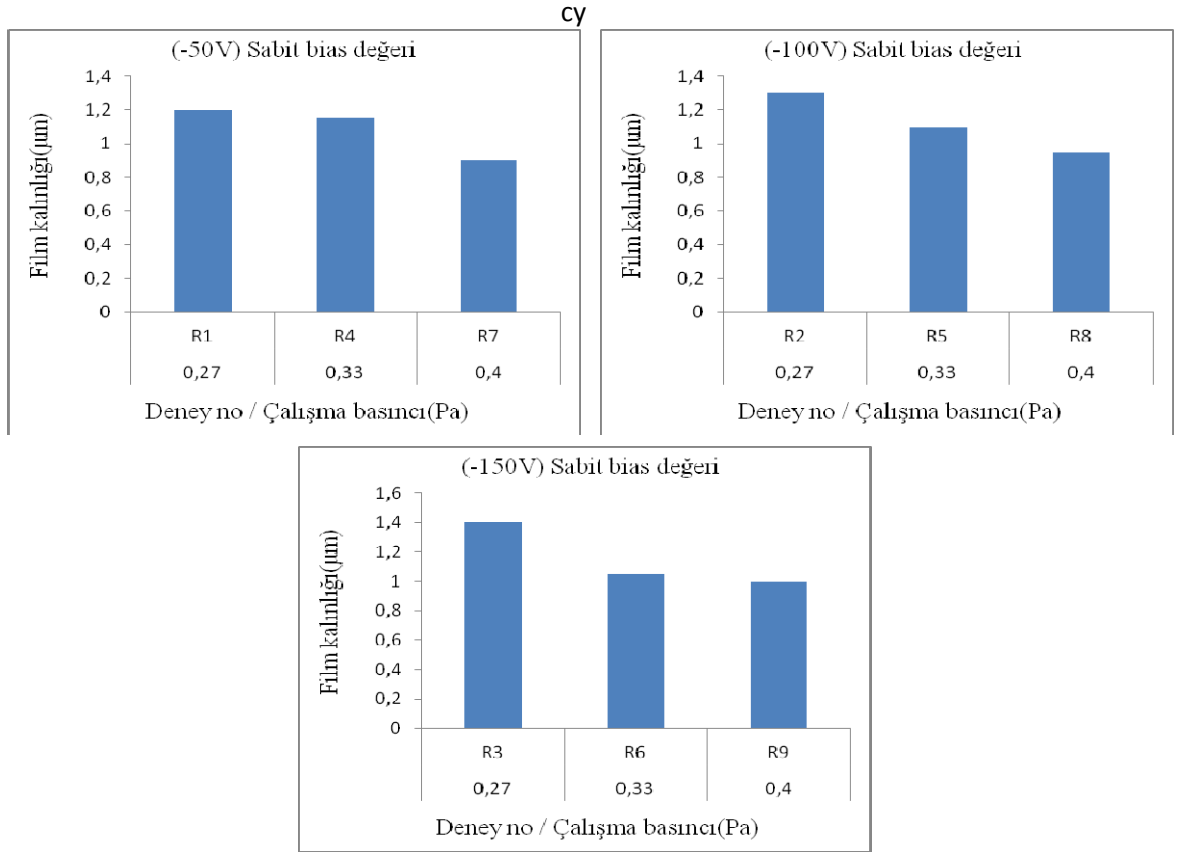
Şekil 4.3. (devam)

Büyütülen kaplamalarda maksimum film kalınlığına; taban malzemeye uygulanan en yüksek voltaj (-150 V), en düşük çalışma basıncı (0,27 Pa), en yüksek Cr ve Al hedef akımına (sırayla 2,5 A ve 1,5 A) sahip 3ncü deney sonucunda 1,4 μm olarak ulaşılmıştır. Minimum film kalınlığına ise taban malzemeye uygulanan en düşük voltaj (-50 V), en yüksek çalışma basıncı (0,4 Pa) ve en yüksek Al hedef akımına (1,5 A) sahip 7nci deneyde 0,9 μm olarak ulaşılmıştır.

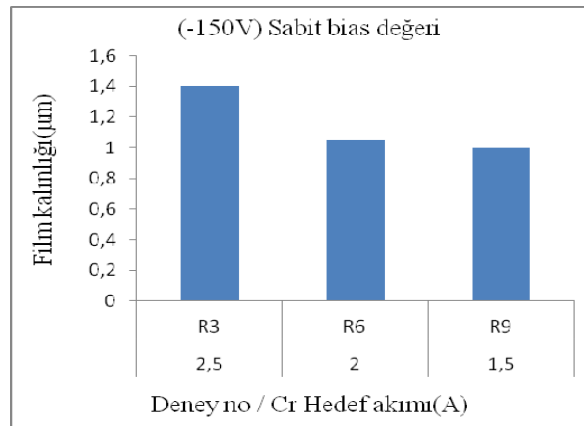
Film kalınlıkları, taban malzemeye uygulanan bias değerlerine göre üçerli gruba (-50V, -100V, -150V) ayrıldığında, grup içinde çalışma basıncı arttıkça (0,27 Pa, 0,33 Pa, 0,4 Pa) filmlerin kalınlığının azaldığı gözlemlenmiştir (Şekil 4.4). Çalışma basıncı arttıkça, vakumla emilen sıçratılmış atomların miktarı artmakta dolayısıyla taban malzeme üzerine çöktürülen atom miktarı azalarak film kalınlığında düşme olmaktadır.

Çalışma basıncı değerlerine göre üçerli gruba (0,27 Pa, 0,33 Pa, 0,4 Pa) ayrıldığında, 1inci (R1, R2, R3) ve 3ncü (R7, R8, R9) gruplarda taban malzemeye uygulanan bias değerleri arttıkça (-50V, -100V, -150V) filmlerin kalınlığının arttığı görülmüştür. 2nci (R4, R5, R6) grupta ise azalmıştır, bunun nedeni artan bias değerlerine karşın azalan toplam Cr ve Al hedef akımlarına (3,5 A, 3 A, 2,5 A) bağlandı. Taban malzemeye uygulanan bias değerlerinin artması ile hedeflerden sıçratılmış atomların taban malzeme üzerinde çökme oranı artmaktadır. Bu durum film kalınlığını artırmaktadır.

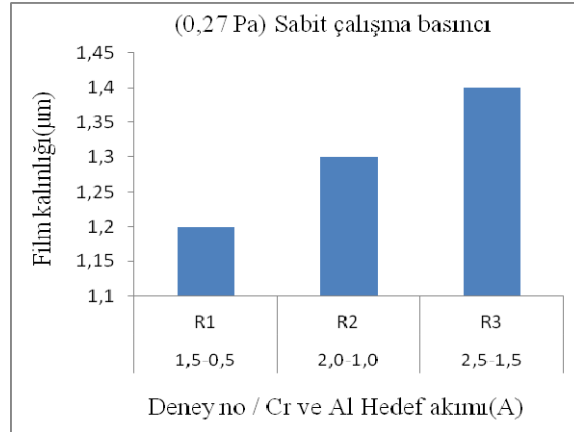
Ayrıca -150 V sabit bias geriliminde, artan çalışma basıncı (0,27 Pa, 0,33 Pa, 0,4 Pa) ve azalan Cr hedef akımına (2,5 A, 2 A, 1,5 A) bağlı olarak R3, R6 ve R9'da film kalınlığının azaldığı tespit edilmiştir (Şekil 4.5). Yine 0,27 Pa sabit çalışma basıncında, artan bias değerleri (-50V, -100V, -150V), Cr ve Al hedef akımına (sırayla, 1,5 A, 2 A, 2,5 A; 0,5 A, 1 A, 1,5 A) bağlı olarak R1, R2 ve R3'de film kalınlığının arttığı tespit edilmiştir (Şekil 4.6). Cr ve Al hedeflerin akımı arttıkça, hedeften yayılan birincil elektron sayısı artarken, birincil elektronların, argon soy gaz atmosferi içerisindeki nötr atomlara çarpmasıyla iyonlaştırma miktarı artmıştır. Dolayısıyla iyonlaşan (+) yüklü argon atomları da, (-) yüklü Cr ve Al hedeflerin sıçratma miktarını artırmıştır. Sıçratma miktarı ile de taban malzeme yüzeyine çöktürülen atom miktarı yükselmiş ve film kalınlığı artmıştır.



Şekil 4.4. Sabit bias değerlerinde (-50V, -100V, -150V) yapılan deney şartlarında çalışma basıncı-film kalınlığı ilişkisi



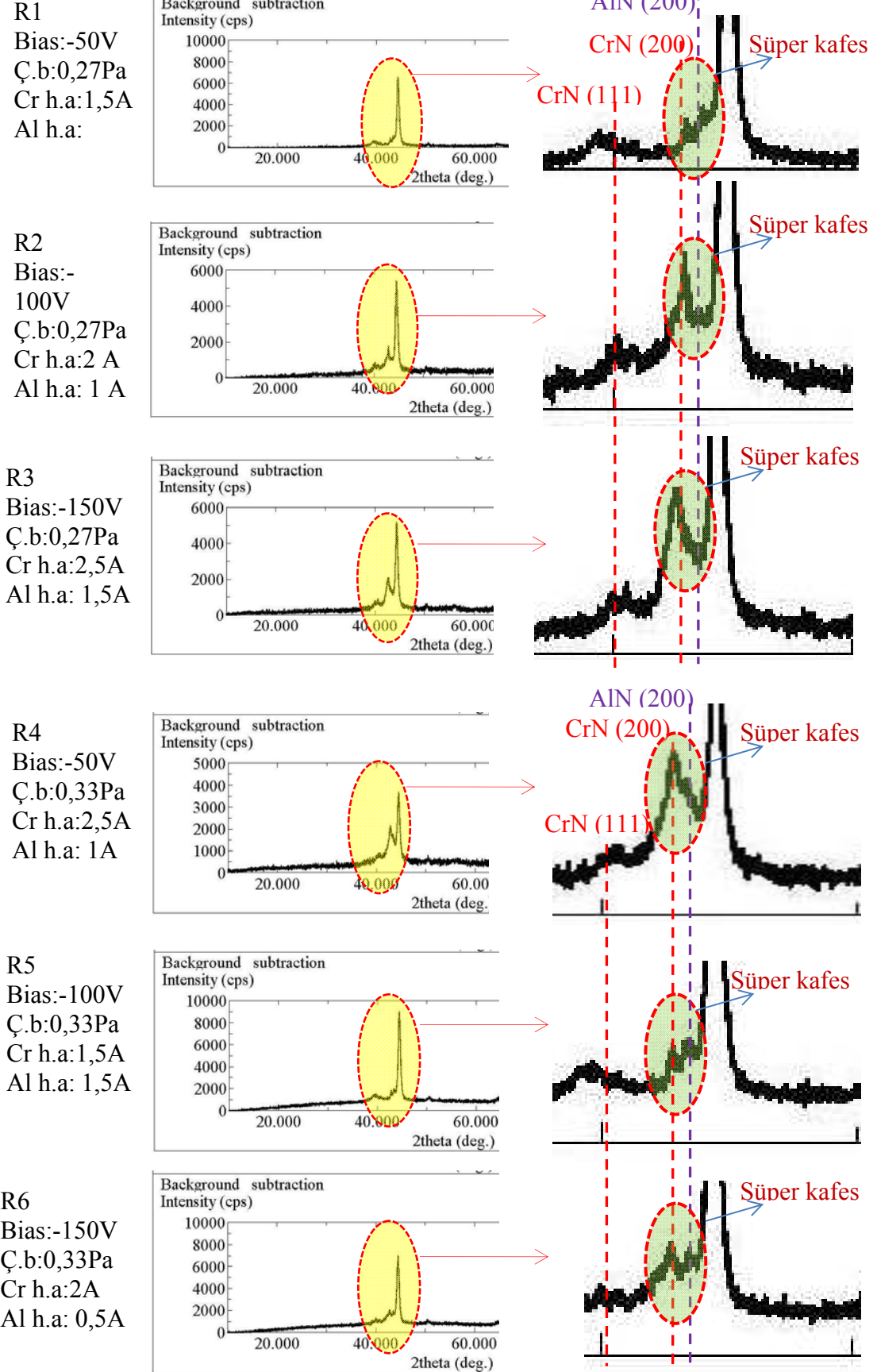
Şekil 4.5. (-150 V) Sabit bias değerinde yapılan deney şartlarında Cr hedef akımı-film kalınlığı ilişkisi



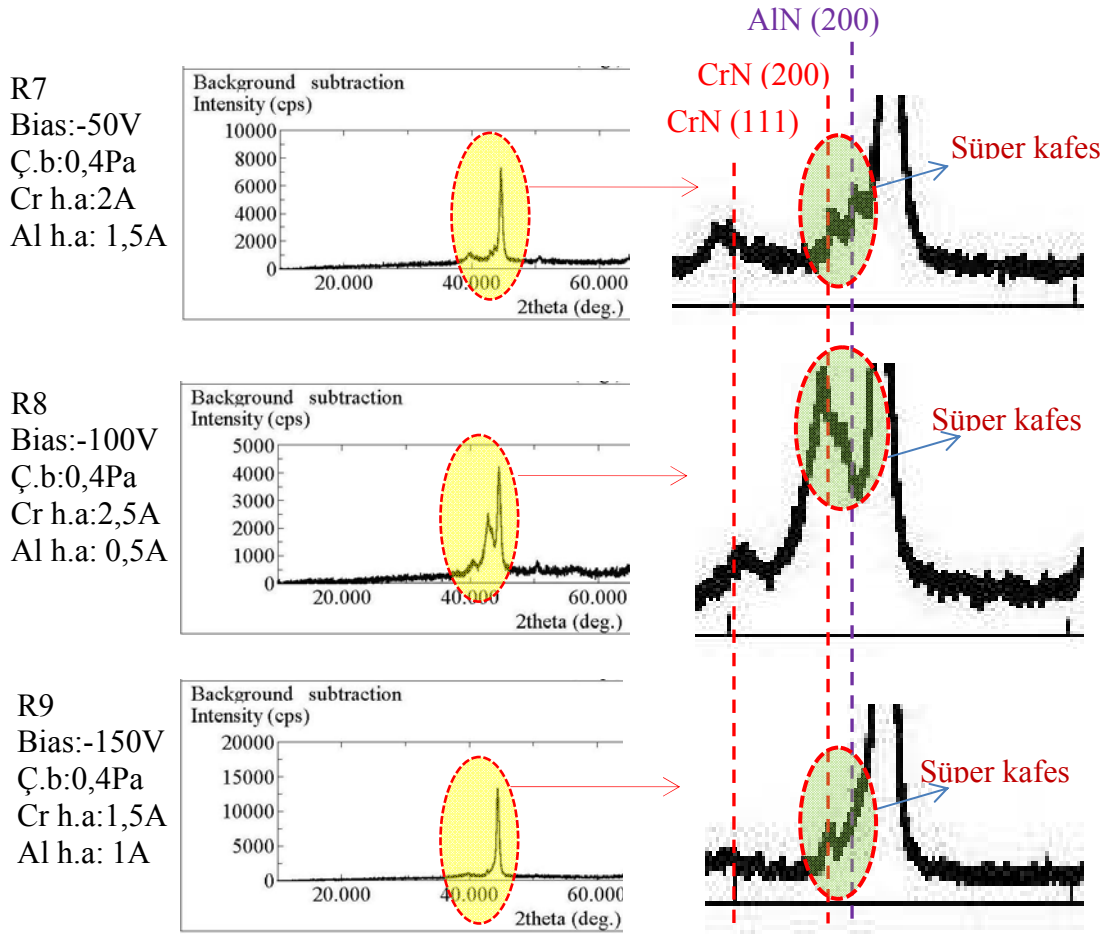
Şekil 4.6. (0,27 Pa) Sabit çalışma basıncında yapılan deney şartlarında Cr ve Al hedef akımı-film kalınlığı ilişkisi

4.1.2. XRD sonuçları

Bias-dc manyetik alanda sıçratma yöntemi ile D2 taban malzemeler üzerine 9 farklı deney şartında büyütülen CrN/AlN çok tabakalı filmler için elde edilen XRD grafikleri Şekil 4.7. de verilmiştir. Çok tabakalı CrN/AlN filmlerde süper kafes fazların XRD kırınımalarının D2 taban malzemeninkine yakın olması desenlerin tespiti açısından zor olmuştur. Elde edilen XRD sonuçlarına göre yaklaşık $2\theta=40^\circ$ 'de CrN(111) ve $2\theta=43^\circ-44^\circ$ 'de süper kafes CrN(200) ve AlN(200) yönlenmeleri gözlemlenmiştir. Elde edilen bu yönlenmelerden süper kafes CrN(200) ve AlN(200) yönlenmeleri R2, R3, R4, R6 ve özellikle R8 deney şartlarında belirgin bir şekilde gözlemlenirken, R1, R5, R7 ve R9 deney şartlarında bu yönlenmelerin yoğunlukları oldukça düşüktür. CrN(111) yönlenmesinin yoğunluğu ise R6 ve R9'da diğer Run'lara oranla oldukça düşüktür. Cr hedef akımının yüksek olduğu deney şartlarında CrN(200) ve AlN(200) süper kafes yönlenmelerinin yoğunluğunun fazla olduğu görülmüştür. CrN(200) ve AlN(200) zirveleri kaplama şartlarına göre hafif kaymalar göstermiştir.



Şekil 4.7. Farklı 9 kaplama şartında üretilen CrN/AlN çok tabakalı filmlerin XRD grafikleri



Şekil 4.7. (devam)

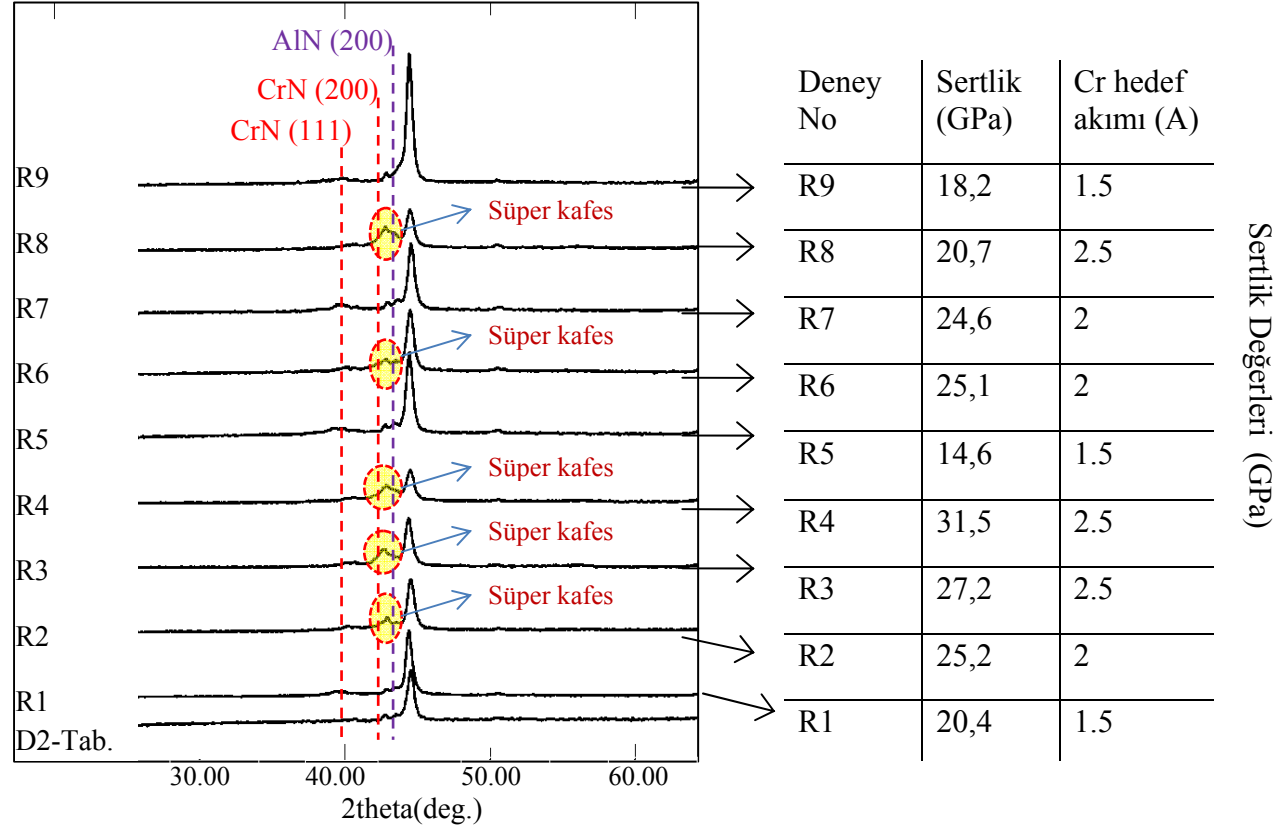
Dokuz farklı kaplama şartında büyütülen CrN/AlN çok tabakalı filmlerin XRD analizi ile elde edilen grafiklere göre, filmlerin kristalografik yönelmesinde taban malzemeye uygulanan bias değerlerin ve çalışma basıncının etkisi net bir şekilde ayırt edilemezken (Şekil 4.7), Cr hedef akımının özellikle, yaklaşık $2\theta=43^{\circ}-44^{\circ}$ 'de görülen CrN (200) yönelmeleri üzerinde belirgin bir etki yaptığı gözlenmiştir. Cr hedef akımının artışıyla farklı (çalışma basıncına göre 3 gruba ayrıldığında, R1-2-3, R5-6-4, R9-7-8) deney şartlarında CrN (200) pikinin belirginleştiği ve pik açılarının daraldığı görülmektedir. Al hedef akımının ise böyle bir etkisi tespit edilememiştir.

Genel olarak, XRD desenlerindeki piklerin daralması, tane boyutunda küçülme veya artık gerilmenin (iç stres) artmasıyla ilgili olabilir (Tien and Duh 2006; Lin *et al.* 2010). Burada 9 farklı deney şartını çalışma basıncına göre üçerli gruba ayırdığımızda Cr hedef

akımının artmasıyla kaplamanın tane boyutunu küçültmüş ve buna bağlı olarak Hall-Petch eşitliğine göre kaplamaların sertlik değerleri artmıştır (Şekil 4.8). Bu sonuç, Kim *et al.* (2008), Lin *et al.* (2009a) ve Lin *et al.* (2010)'nın çalışmaları ile örtüşmektedir.

Normalde AlN tek tabakalar altıgen (Vürtzit tip) yapıda olabilirler (Kim *et al.* 2003). Fakat Li *et al.* (2002)'de, hcp (Vürtzit) yapısına sahip AlN'lerin AlN/TiN, AlN/VN gibi süper kafes kaplamalarda AlN tabaka kalınlığı kritik bir değerin altında iken NaCl tipi kübik yapıda stabilize (kararlı hale gelmek) olabileceğini söylemiştir. Tien and Duh (2006)'da ise bu kritik değerin 4 nm olduğunu ve çok tabakalı CrN/AlN kaplamalarda 4 nm AlN tabaka kalınlığında hcp (altıgen) yapısının, metastabil kübik yapıya dönüşmüş olduğunu belirtmiştir. Sonuç olarak CrN (200) kafes yapısına uyumlu bir şekilde (epitaksiyel) büyüyen fcc (NaCl tipi) yapıdaki AlN (200) filmler süper kafes oluşturmuşlardır. Bu analiz CrN/AlN süper kafes filmlerde AlN tabakasının metastabil kübik bir yapıya sahip olduğunu gösterir (Park and Baik 2005; Kim *et al.* 2008).

Lin *et al.* (2009b)'da yaptığı çalışmada, CrN/AlN çok tabakalı kaplamalarda fcc-CrN yapısının farklı tabaka kalınlıklarında değişmediği, ancak çift tabaka kalınlığı 6 nm nin altındaki filmlerde fcc-AlN yapısı mevcutken 6 nm nin üstündeki çift tabaka kalınlıklarında hcp-AlN yapılarının gözlendiğini belirtmiştir. Bu durum CrN/AlN çok tabakalı kaplamalarda AlN tabaka kalınlığının fcc-AlN tabakaların fcc-CrN tabakalar ile uyumlu büyümeyi (epitaksiyel büyüme) etkilediğini göstermektedir.



Şekil 4.8. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülen CrN/AlN çok tabakalı filmlerin Cr hedef akımı-sertlik-yönlenme ilişkileri ve belirgin süper kafes yönlenmeleri

4.1.3. EDS sonuçları

Dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş çok tabakalı CrN/AlN filmlerin EDS analiz sonuçları Çizelge 4.1’de (R4 deney şartlarında üretilen kaplamalardan görüntü alınamadığı için analiz yapılamamıştır) verilmiştir. Analizlerde kaplamanın yüzeyinden taban malzemeye doğru üç farklı yerden ölçüm yapıldı ve filmin ortasına yakın yerdeki değerler alınarak elementlerin, ağırlık ve atomik olarak yüzdeleri oluşturuldu. Cr ve Al hedef akımına göre değişen Cr/Al (at.%) ve Cr/Al (wt.%) oranları Çizelge 4.2’de, kaplamanın EDS spektrumuna ait bir örnek de Şekil 4.9’da verilmiştir.

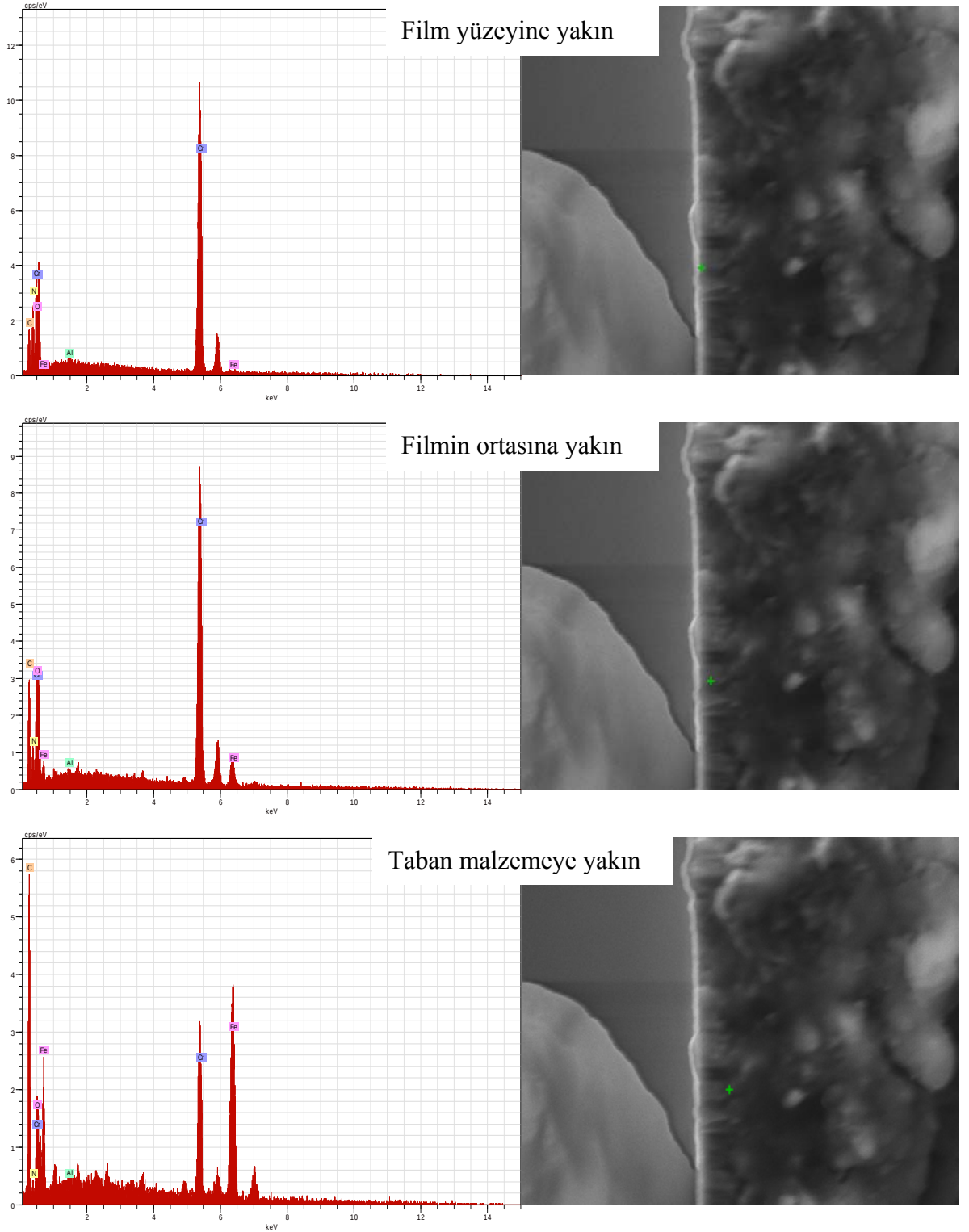
Çizelge 4.1. CrN/AlN çok tabakalı ince filmlerin EDS analiz sonuçları

Deney No	% at.			% wt.		
	N	Al	Cr	N	Al	Cr
R1	0,79	0,81	98,4	0,65	0,86	98,49
R2	25,59	2,81	71,6	8,79	1,87	89,34
R3	58,96	2,88	38,16	27,41	2,59	70,0
R4						
R5	59,59	4,25	36,16	30,02	4,12	65,86
R6	53,7	2,12	44,18	24,62	1,87	73,51
R7	56,69	3,2	40,11	26,92	2,93	70,15
R8	39,60	0,97	59,43	15,32	0,74	83,94
R9	45,91	2,62	51,47	19,18	2,12	78,7

Çizelge 4.2. CrN/AlN çok tabakalı ince filmlerin Cr ve Al hedef akımına göre değişen Cr/Al (at.%) ve Cr/Al (wt.%) Oranları

Deney No	Cr hedef akımı (A)	Al hedef akımı (A)	Cr/Al (at.%) Oranı	Cr/Al (wt.%) Oranı
R1	1.5	0.5	121,48	114,52
R2	2	1	25,48	47,77
R3	2.5	1.5	13,25	27,03
R4	2.5	1	-	-
R5	1.5	1.5	8,51	15,98
R6	2	0.5	20,83	39,31
R7	2	1.5	12,53	23,94
R8	2.5	0.5	61,26	113,43
R9	1.5	1	19,64	37,12

Dokuz farklı deney şartında üretilen CrN/AlN çok tabakalı filmleri çalışma basıncına göre üçerli gruba ayırdığımızda 1.grupta (R1, R2, R3) Cr ve Al hedef akımı artarken Cr/Al (at.% ve wt.%) oranı düşmüştür. 2.grupta (R5 ve R6) Al hedef akımı azalırken, Cr hedef akımı artmış ve Cr/Al (at.% ve wt.%) oranı yükselmiştir. 3.grupta (R7, R8, R9) ise Al hedef akımı artarken Cr/Al (at.% ve wt.%) oranı düşmüştür. Burada tüm deney şartlarında Al hedef akımı artarken Cr/Al (at.% ve wt.%) oranlarının düştüğü gözlemlenmiştir. Al elementinin kaplamanın Cr/Al oranlarında Cr elementine göre etkisinin daha fazla olduğu söylenebilir.



Şekil 4.9. R8 deney şartlarında üretilen CrN/AlN çok tabakalı filmin EDS spektrumu ve analizi yapılan bölgenin kesit görüntüsü

CrN/AlN filmlerin yüzeye yakın, orta noktasında ve taban malzemeye yakın noktalarından alınmış SEM görüntüleri ve EDS analizlerinin bir örneği (R8 için) Şekil 4.9'da görülmektedir. EDS grafiklerini incelediğimizde filmin tabanından yüzeye doğru çıktıkça Cr, Al ve N elementlerinin atomik yüzde değerlerinde değişmelerin olduğu görülmüştür. Bu değişimler bize çok tabakalı kaplamayı oluşturan CrN ve AlN bileşiklerinin oluştuğunu göstermektedir. Ayrıca elementlerin (Cr, Al, N) film tabanından yüzeye doğru değişimi, farklı tabakalar arasında keskin bir şekilde tanımlanmış arayüzlerin varlığını açıkça ortaya koymaktadır (Lin *et al.* 2010).

Filmlerin taban malzemeye yakın yerden alınan noktada Fe ve C elementlerinin, filmlerin yüzeye yakın yerden alınan noktada ise O elementinin mevcudiyeti görülmektedir. Fe ve C elementlerinin filmlerin taban malzemeye yakın bölgedeki varlığı filmin taban malzemeye nüfuziyetinin yüksek olduğunu göstermektedir. O elementinin filmlerin yüzeye yakın bölgedeki varlığı ise film yüzeyinde koruyucu oksit tabakasının oluştuğunu göstermektedir. Diğer kaplama şartlarındaki EDS spektrumları ve analizi yapılan bölgelerin kesit görüntüleri yaklaşık olarak aynıdır.

4.2. Filmin Mekanik Özellikleri

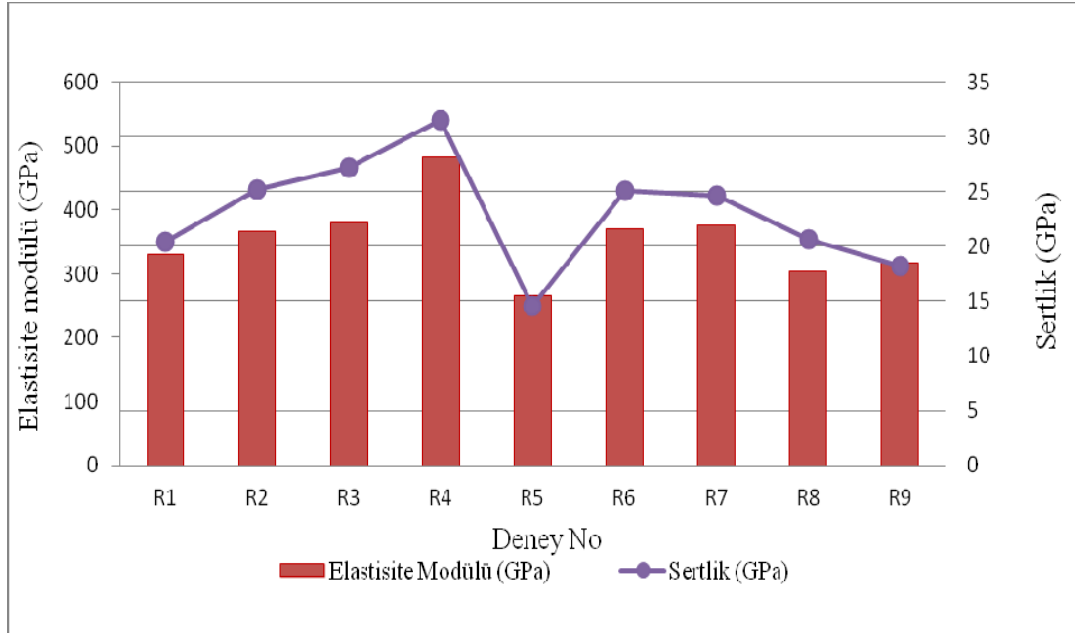
4.2.1. Nano sertlik sonuçları

CFUBMS ile D2 çelik taban malzemeler üzerine dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan toplam 21 tabakalı CrN/AlN filmlerin sertlik, elastisite modülü, kaplama kalınlıkları, Cr ve Al hedef akımı değerleri Çizelge 4.3'de verilmiştir. Yapılan sertlik deneyleri sonucuna göre en yüksek sertlik değeri R4 deney şartlarında kaplama kalınlığı 1,15 μm , en yüksek Cr hedef akımında (2,5 A) ve 1 A Al hedef akımında 31,5 GPa olarak bulunmuştur. En düşük sertlik değeri ise R5 deney şartlarında kaplama kalınlığı 1,10 μm , en düşük Cr hedef akımında (1,5 A) ve 1,5 A Al hedef akımında 14,6 GPa olarak bulunmuştur. Elastisite modülü değerleri de sertlik değerlerine paralel olarak R4 deney şartlarında en yüksek (482 GPa), R5 deney şartlarında ise en düşük

(265 GPa) değerlerini almıştır. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sertlik ve elastisite modülü ilişkisi Şekil 4.10’da verilmiştir.

Çizelge 4.3. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin Al ve Cr hedef akımlarının değişimine göre sertlik ve elastisite modülü arasındaki ilişki

Deney No	Sertlik (GPa)	Elastisite Modülü (GPa)	Kaplama Kalınlıkları (μm)	Cr hedef Akımı (A)	Al hedef Akımı (A)
R1	20,4	331	1,20	1.5	0.5
R2	25,2	366	1,30	2	1
R3	27,2	380	1,40	2.5	1.5
R4	31,5	482	1,15	2.5	1
R5	14,6	265	1,10	1.5	1.5
R6	25,1	370	1,05	2	0.5
R7	24,6	375	0,9	2	1.5
R8	20,7	303	0,95	2.5	0.5
R9	18,2	317	1,0	1.5	1

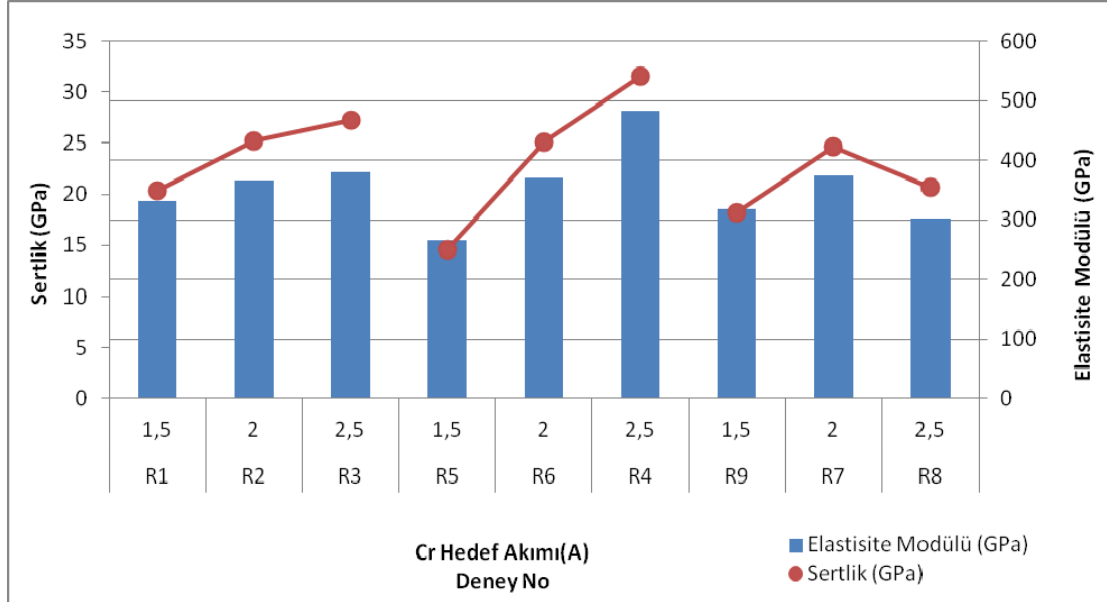


Şekil 4.10. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan CrN/AlN filmlerin sertlik ve elastisite modülü ilişkisi

CrN/AlN çok tabakalı filmlerden elde edilen sertlik değerlerinin kaplama parametreleri ile ilişkisi irdelendiğinde, değişen bias değerleri ve çalışma basıncının sertlik üzerindeki etkisi tam olarak ayırt edilememektedir. Fakat çalışma basıncının düşük olduğu deney grubunda (0,27 Pa, R1-2-3) bias değerleri arttıkça sertlik artmasına rağmen çalışma basıncının yüksek olduğu deney grubunda ise (0,4 Pa, R7-8-9) bias değerleri arttıkça sertlik düşmüştür. Çalışma basıncı 0,33 Pa olan grupta ise (R4-5-6) böyle bir genelleme yapamayız. Yani çalışma basıncı ile bias değerlerinin filmlerin sertliği üzerinde bileşik bir etkiye sahip olduğu düşünülmektedir.

Yine proses parametrelerinde değişen Cr hedef akımına göre sertlik ve elastisite modülü değerlerini incelediğimizde çalışma basıncına göre üçerli gruba ayırdığımızda (artan Cr hedef akımına (1,5A-2A-2,5A) göre sırasıyla 1.grup:R1-2-3, 2.grup:R5-6-4, 3.grup:R9-7-8), bias değerlerine bakmaksızın artan Cr hedef akımında sertlik ve elastisite modülü değerleri artmaktadır (Şekil 4.11). Bu durum, artan hedef akımıyla hedeften birincil elektron yayını ve beraberinde plazma içerisinde artan iyonizasyonla birlikte, Cr hedeften sıçratılan atom miktarının artması ve sıçratılan atomların taban malzeme üzerinde çöktürülmesi ile metalik sert yapıya sahip CrN bileşik oluşumuna (Holleck and Schier 1995) atfedilmiştir. Ayrıca bu sertlik artışında, iyonizasyonun artmasıyla plazma atmosferindeki (+) yüklü iyonların taban malzeme üzerindeki artan bombardımanının da etkisi olduğu düşünülmektedir. Ayrıca sabit -150 V bias değerinde çalışma basıncı artarken (0,27 Pa-0,33 Pa-0,4 Pa) sertlik (27,2 GPa-25,1 GPa-18,2 GPa) ve elastik modül (380 GPa-370 GPa-317 GPa) düşmektedir. Fakat Al hedef akımı için böyle bir değerlendirme yapmak zordur. Şöyleki Al hedef akımına göre sertlik ve elastisite modülü değerlerini incelediğimizde çalışma basıncına göre üçerli gruba ayırdığımızda (artan Al hedef akımına (0,5A-1A-1,5A) göre sırasıyla 1.grup:R1-2-3, 2.grup:R6-4-5, 3.grup:R8-9-7), bias değerlerine bakmaksızın artan Al hedef akımında 1.grupta sertlik ve elastisite modülü artarken (sertlik (GPa) ve elastisite modülü (GPa) sırasıyla; 20,4-25,2-27,2; 331-366-380) 2.grupta önce yükselmiş sonra düşmüş (2.grup:R6-4-5 sertlik (GPa) ve elastik modül (GPa) değerleri sırasıyla; 25,1-31,5-14,6; 370-482-265), 3.grupta ise sertlik önce düşmüş sonra yükselmiş elastik modül değeri ise yükselmiştir

(3.grup: R8-9-7 sertlik (GPa) ve elastik modül (GPa) değerleri sırasıyla; 20,7-18,2-24,6; 303-317-375).



Şekil 4.11. Çok tabakalı CrN/AlN filmlerin artan Cr hedef akımına göre değişen sertlik ve elastisite modülü değerleri

Kaplama kalınlıkları ile sertlik değerleri incelendiğinde, çalışma basıncına göre üçerli gruba ayırdığımızda (artan kaplama kalınlığına göre sırasıyla 1.grup:R1-2-3, 2.grup:R6-5-4) 1nci ve 2nci grupta kaplama kalınlığının artmasıyla sertlik değerleri artarken, 3ncü grupta ise (3.grup:R7-8-9) kaplama kalınlığının artmasıyla sertlik değerlerinde düşme olmuştur (Çizelge 4.3).

CrN/AlN çok tabakalı kaplamalardaki kompozisyon ve çift tabaka kalınlıklarındaki değişiklikler kaplamaların mekanik özelliklerinin belirlenmesinde önemli rol oynamaktadır. Cr hedef akımının artması, çift tabaka kalınlığını (ve CrN tabaka kalınlığını) ve süper kafes kaplama sertliğini artırmıştır. CrN ve AlN tabakalar arasındaki farklı kayma modülü ve dislokasyon hareketlerini engelleme mekanizması sertlik geliştirme yararına çalışmaktadır (Lin *et al.* 2009a).

Süper kafes yapısının kaplamalardaki sertleştirme etkisi, CrN ve AlN tabakalar arasındaki kayma direncine bağlanabilir. Her tabaka (arayüz) tane sınırı fonksiyonu görerek, dislokasyonların tabakalarda sıkışması ve yığılması sayesinde kaplamaların sertliğinde iyileşme olmaktadır. Ayrıca, her tabaka çatlak saptırıcı olarak kaplamaların güçlendirilmesine yardımcı olurlar (Kim *et al.* 2003). Dislokasyonların engellenmesi, çok tabakalı yapının farklı kayma modülüne bağlanmıştır (Lin *et al.* 2009b).

Genel olarak, dislokasyon hareketlerinin engellenmesi, çok tabakalı kaplamalarda iki tabaka arasındaki farklı kayma modülü ve buna bağlı olarak oluşan farklı dislokasyon enerji çizgilerine sahip olmalarıdır. Dislokasyonlar, daha düşük kayma modülüne sahip tabaka içinde kalmayı tercih eder. Buna ek olarak, tane boyutunda azalma (Hall-Petch etkisi) ve tabakalar arasında uyumlu kafes yapılarının oluşması yüksek sertliğin elde edilmesinde önemli bir rolü vardır. Süper sert kaplamaların elde edilmesinde, çift tabaka kalınlığının yeterince ince olması durumunda genellikle tabakalar içinde dislokasyon oluşmaz. Bu durumda CrN ve AlN tabakalarının ayrı ayrı kalınlığını optimum değerlere getirmek, kaplama sertliğini maksimum değerlere çıkarabilir (Lin *et al.* 2010).

4.3. Filmin Tribolojik Özellikleri

4.3.1. Aşınma deney sonuçları

CFUBMS ile D2 çelik taban malzemeler üzerine dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan çok tabakalı CrN/AlN filmlerin sertlik, kaplama kalınlıkları, yüzey pürüzlülükleri ve üç farklı ortamda (nemli hava, kuru azot ve saf su) yapılan aşınma deneylerinde elde edilen sürtünme katsayıları ile aşınma oranları Çizelge 4.4'de verilmiştir.

CrN/AlN filmlerin en düşük sürtünme katsayıları hava ortamında yapılan deneylerde (R7 deney şartlarında) 0,525, kuru azot ortamında yapılan deneylerde (R5 deney şartlarında) 0,515, su ortamında yapılan deneylerde (R1 deney şartlarında) 0,330 olarak bulunmuştur. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sertlik artışıyla sürtünme katsayılarında azalma eğilimi gözlenmiştir. Cr hedef akımının artmasıyla oluşan kalınlık artışı, hem filmin yük taşıma kapasitesini artırmış, hem de gerçek temas alanını azaltarak sürtünme katsayısını azaltmış ve filmin abrazyon aşınmaya direnç kazanmasında rol oynamıştır. Bu sonuç, sertliğin artmasıyla sürtünme katsayısının ve aşınma oranının azalacağına dair Lin *et al.* (2009b) ve Kim *et al.* (2009)'nin çalışmaları ile örtüşmektedir.

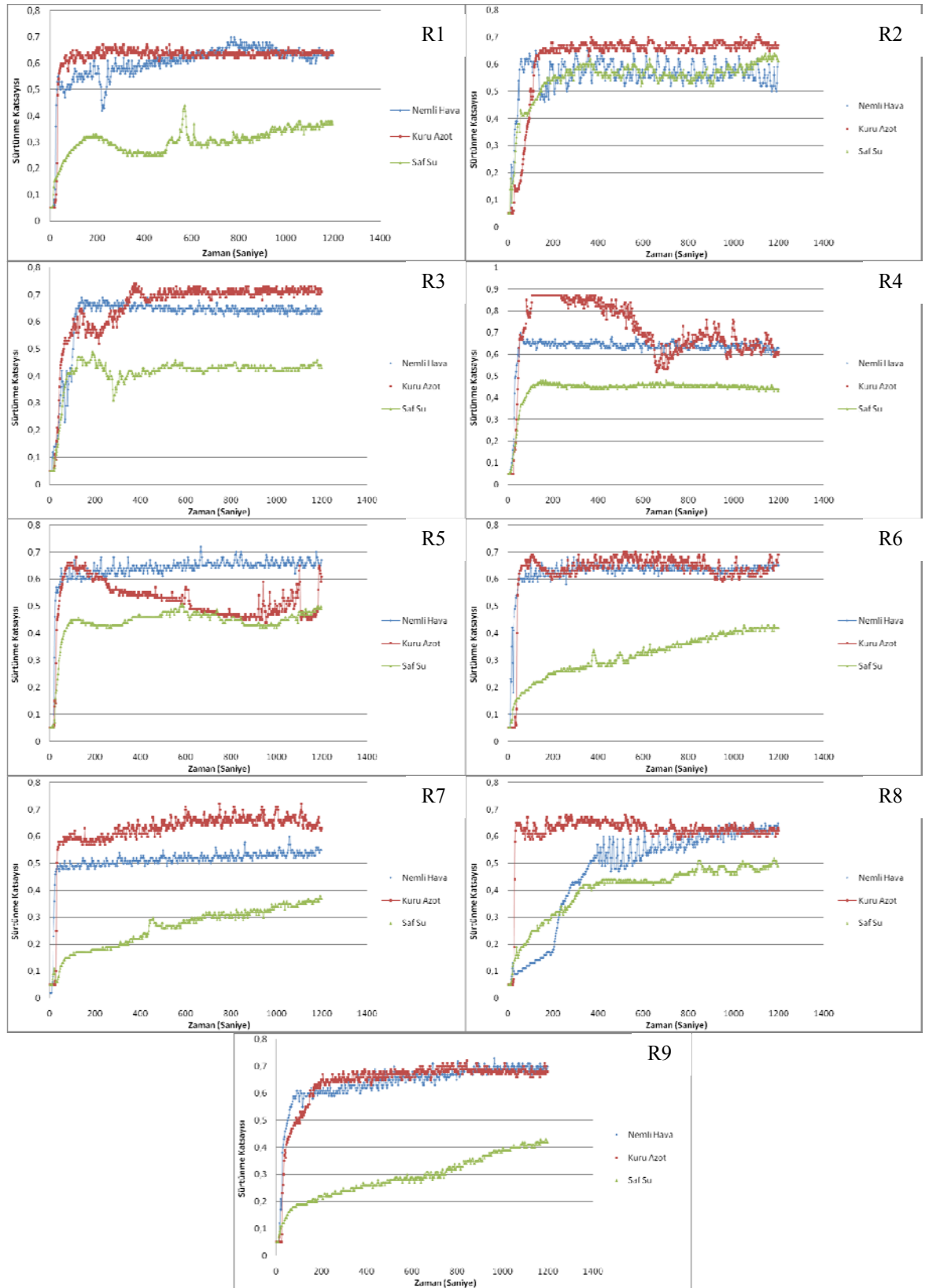
Çizelge 4.4. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan çok tabakalı CrN/AlN filmlerin sertlik, kaplama kalınlıkları, yüzey pürüzlülükleri ve üç farklı ortamda yapılan aşınma deneylerinde elde edilen sürtünme katsayıları ile aşınma oranları

Deney no	Kaplama kalınlığı (μm)	Plastik Deformasyon Direnci (H^3 / E^2 , GPa)	Sertlik (GPa)	Yüzey pürüzlüğü ($R_a, \mu\text{m}$)	Nemli hava ortamı Sürt. Kat.	Kuru azot ortamı Sürt. Kat.	Saf su ortamı Sürt. Kat.	Nemli hava ortamı Aşınma oranı (mm^3/Nm)	Kuru azot ortamı Aşınma oranı (mm^3/Nm)	Saf su ortamı Aşınma oranı (mm^3/Nm)
R1	1,20	0,078	20,4	0,071	0,625	0,635	0,330	1,19E-05	1,61E-05	9,83E-06
R2	1,30	0,120	25,2	0,095	0,575	0,665	0,560	7,07E-06	1,06E-05	5,19E-06
R3	1,40	0,139	27,2	0,054	0,650	0,705	0,430	5,57E-06	3,17E-05	4,89E-06
R4	1,15	0,135	31,5	0,067	0,620	0,645	0,435	4,72E-06	7,22E-06	4,67E-06
R5	1,10	0,044	14,6	0,077	0,645	0,515	0,450	2,43E-05	1,75E-05	6,88E-06
R6	1,05	0,116	25,1	0,052	0,635	0,650	0,385	1,27E-05	1,51E-05	6,23E-06
R7	0,9	0,106	24,6	0,058	0,525	0,650	0,335	1,42E-05	1,84E-05	6,90E-06
R8	0,95	0,097	20,7	0,071	0,580	0,625	0,460	1,45E-05	2,07E-05	8,33E-06
R9	1,0	0,060	18,2	0,07	0,665	0,675	0,365	1,55E-05	2,22E-05	1,12E-05

Nemli hava ortamında yapılan aşınma deneyleri sonucunda çok tabakalı kaplama üzerinde oluşan Al_2O_3 ve Cr_2O_3 oksit tabakaları (Tien *et al.* 2007; Kim *et al.* 2008; Lin *et al.* 2009a) kaplamanın üzerinde sert ince bir film oluşturmuş sertliğin artmasıyla pinin temas alanı azalmış ve böylece sürtünme katsayısının kuru azot ortamına göre

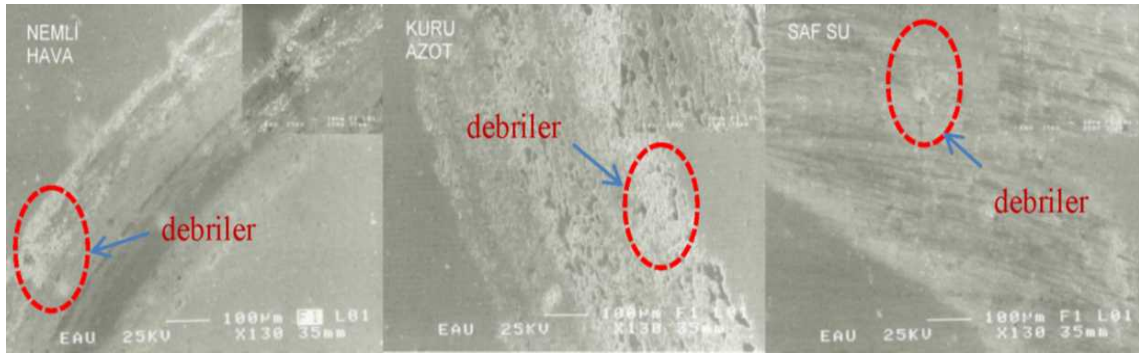
daha düşük çıkmasına neden olmuştur (Holmberg *et al.* 2000; Myung *et al.* 2004). Su ortamında yapılan aşınma deneyleri sonucunda ise su pin ile çok tabakalı kaplama yüzeyi arasında yağlayıcı görevi sağlayarak hava ortamına göre daha düşük sürtünme katsayısı değerleri elde edilmesine sebep olmuştur. R1, R5 ve R9 deney şartlarında düşük Cr hedef akımında (1,5 A) büyütülen filmlerin, diğer şartlarda büyütülen filmlere göre sertlik değerlerinin düşük olduğu ve buna bağlı olarak hava ortamında daha yüksek sürtünme katsayısı değerleri sergilediği görülmüştür.

D2 çelik taban malzemeler üzerine dokuz farklı kaplama deney koşulunda büyütülen CrN/AlN çok tabakalı filmlere ait sürtünme-zaman grafikleri Şekil 4.12’de verilmiştir. Buna göre CrN/AlN çok tabakalı filmlerin hava ortamındaki sürtünme grafikleri incelendiğinde genelde çok kararlı bir sürtünme davranışı sergilediği, sadece R8 deney şartlarında üretilen kaplamaların grafiğinde ani yükselmeler olduğu ve 800 saniye sonra düzeldiği gözlenmektedir. Bu durum film yüzeyinde oluşan oksit tabakasının kırıldığını göstermektedir. Kuru azot ortamında ise genelde kararsız bir sürtünme eğrisi sergilediği gözlenmektedir. Bu kararsızlığın, aşınan sert seramik film ile karşı pinin teması neticesinde ortaya çıkan abrazyon aşınma ürünlerinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu abrazyon aşınma ürünlerinin tipik bir örneği Şekil 4.13’de görülmektedir. Sert abrazyon parçacıklar, kuru azot ortamında film yüzeyinde oksit tabakası oluşmadığı için aşınan film ile aşındırıcı pin arasında uygun transfer filmi oluşumunu engellemekte ve kaymaya karşı direnci artırmaktadır. Dolayısıyla bu durum, hem sürtünme eğrisinde kararsızlığa yani düzensiz iniş-çıkışlara, hem de sürtünme katsayısında artışa sebep olmaktadır. Bu kararsızlık haline neden olan bir başka olayda CrN/AlN filmlerin çok tabakalı yapısına bağlı olarak, filmin üzerindeki pinin hareketinden dolayı tabakaların aşınması ile CrN ve AlN tabakalar olmak üzere iki tabaka arasındaki geçişlerde oluşan farklı film davranışlarından kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.12. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan CrN/AlN filmlerin Sürtünme Katsayısı-Zaman Grafikleri

Saf su ortamındaki sürtünme grafiklerinde ise genelde kararlı bir sürtünme eğrisi sergilediği gözlenmektedir. Saf suyun yağlayıcı özelliği ve pinin film yüzeyinde kayması sayesinde oluşan abrazif parçacıkların az olması uygun transfer filmi oluşumunu sağlamış ve kaymaya karşı direnci azaltarak sürtünme katsayısının düşük değerlerde çıkmasına vesile olmuştur. Bu düşük sürtünme katsayısı değerleri, muhtemelen pinin su üzerinde kayıcı teması sayesinde kendi kendine ince kaygan bir tabaka oluşumu nedeniyle sağlanmıştır.



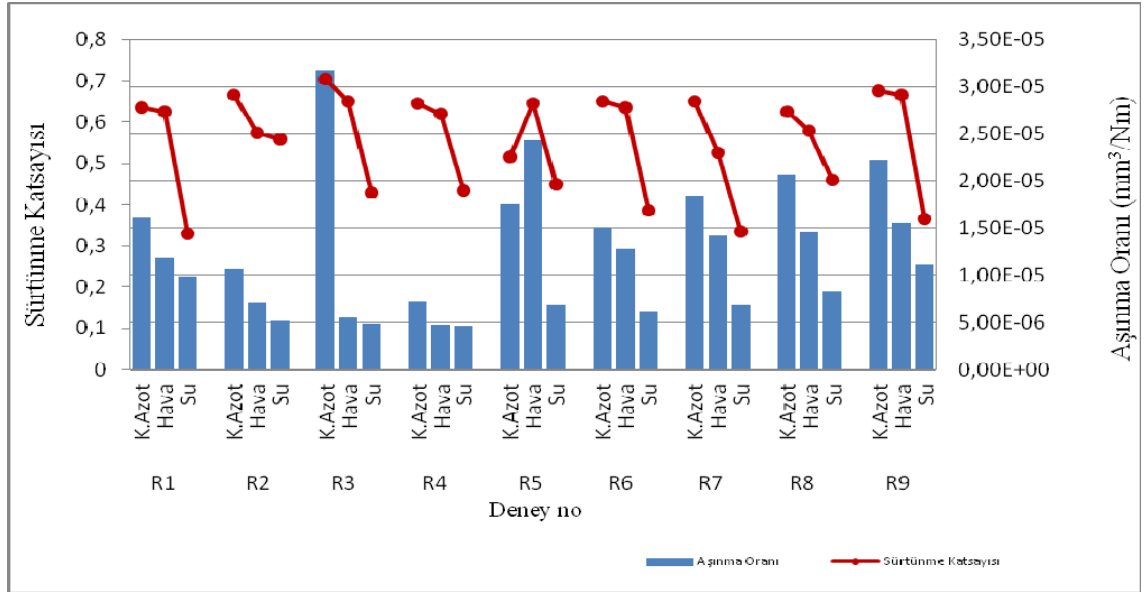
Şekil 4.13. R8 deney şartlarında büyütülmüş olan CrN/AlN filmlerin nemli hava, kuru azot ve saf su ortamlarında yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen aşınma profilleri

D2 çelik taban malzeme üzerine kaplanan CrN/AlN çok tabakalı filmlerin farklı 9 proses parametresinde ve 3 farklı ortamda elde edilen sürtünme katsayısı ve aşınma oranları arasındaki ilişki Şekil 4.14’de verilmiştir. Bu filmlerden elde edilen aşınma oranı değerlerinin sürtünme katsayısı değerleri ile genel olarak paralel olduğu dikkat çekmektedir. Yani yüksek sürtünme katsayısı elde edilen sert filmlerden yüksek aşınma oranı, düşük sürtünme katsayısı elde edilenlerden düşük aşınma oranı elde edilmiştir (Suh and Saka 1980; Fouvry and Kapsa 2001). Bu sonuç, Kim *et al.* (2009), Lin *et al.* (2009a), Lin *et al.* (2009b)’nin görüşleri ile örtüşmektedir. Özellikle R4 deney şartlarında büyütülen CrN/AlN çok tabakalı filmlerin farklı ortamlarda yapılan aşınma deneylerinde: nemli hava ortamında yaklaşık aşınma oranı $4,72E-06 \text{ mm}^3/\text{Nm}$, kuru azot ortamında yaklaşık aşınma oranı $7,22E-06 \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ve saf su ortamında yaklaşık aşınma oranı $4,67E-06 \text{ mm}^3/\text{Nm}$ olmak üzere en düşük aşınma oranları elde edilmiştir. R4 deney şartlarına baktığımızda en yüksek Cr hedef akımında (2,5 A), en yüksek sertlikte (31,5 GPa), 0,33 Pa çalışma basıncında, 1 A Al hedef akımında, -50 V bias-dc

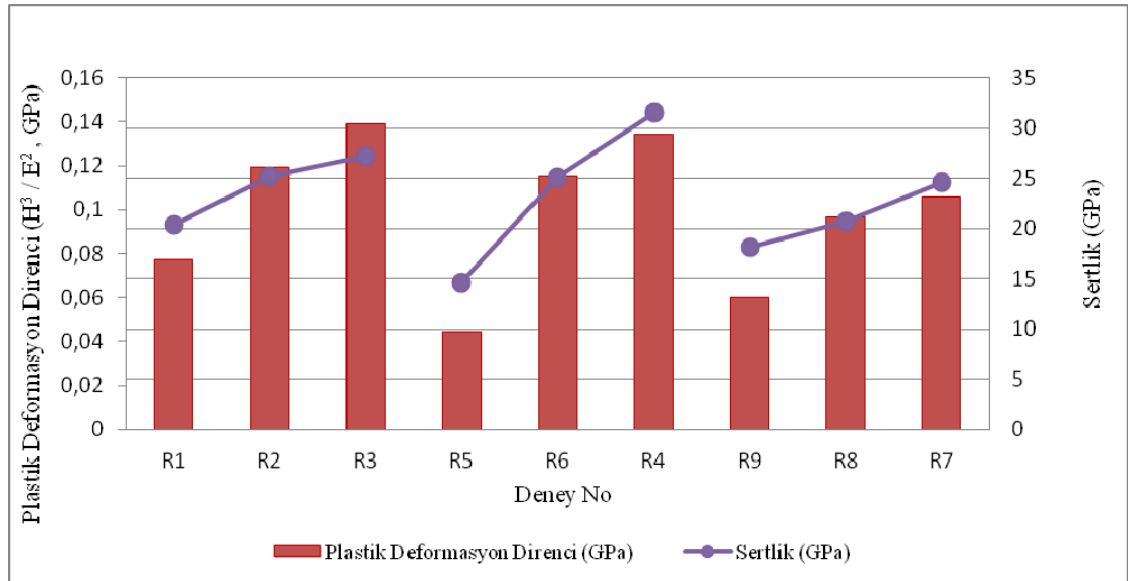
değerinde gerçekleşmiştir. Cr hedef akımının en yüksek değerde olması CrN/AlN çok tabakalı filmin en yüksek sertliğe ulaşmasını sağlamıştır. Bu filmin yük taşıma kapasitesini artırmış ve pin ile gerçek temas alanını azaltarak aşınma oranını azaltmıştır. Yani baskın parametre Cr hedef gücü ve buna bağlı olarak değişen sertliktir.

Kaplamalardan iyi aşınma direnci elde etmenin şartı sadece kaplamanın yüksek sertlikte olması değildir. Aynı derecede önemli bir faktör ise elastisite modülü değeridir. Bu nedenle, ince filmlerin plastik deformasyon direnci (H^3/E^2 değeri), aşınma ve sürtünme davranışlarının belirlenmesinde güçlü bir parametredir. Plastik deformasyon direncinin yüksek olması sürtünme ve aşınma özelliklerini iyileştirir. Kaplamalara uygulanan yükün daha geniş bir alana dağıtılması ile aşınma oranlarının düşürülmesinin yolu, daha düşük elastik modül ve yüksek sertlik değerlerine ulaşmaktır (Kim *et al.* 2003; Lin *et al.* 2010).

Şekil 4.15’de dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan CrN/AlN filmlerin çalışma basıncına göre üçerli gruba ayrıldığında artan sertliğe göre plastik deformasyon direnci ilişkisi görülmektedir. Ayrıca (H^3/E^2) değerlerinin yüksek olması çok tabakalı CrN/AlN kaplamalarda yüksek kırılma tokluğunu göstermektedir. Şöyle ki, süper kafes CrN/AlN kaplamalarda, çok sayıda tabakaların farklı elastik modülü sayesinde çatlak saptırma ve çatlak enerji dağılımı mekanizmaları ve çoklu tabakalar sayesinde çatlak ucunun plastik deformasyona uğraması kaplama tokluğunun iyi olmasını sağlar. CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların mükemmel aşınma direnci (R4, su ortamı, $4,67E-06$ mm³/Nm), süper sertlik (R4, 31,5 GPa) ve H^3/E^2 değerlerinin yüksek olması (R4, 0,135 GPa), geliştirilmiş kırılma tokluğu sayesinde olduğuna inanılmaktadır (Lin *et al.* 2009a).



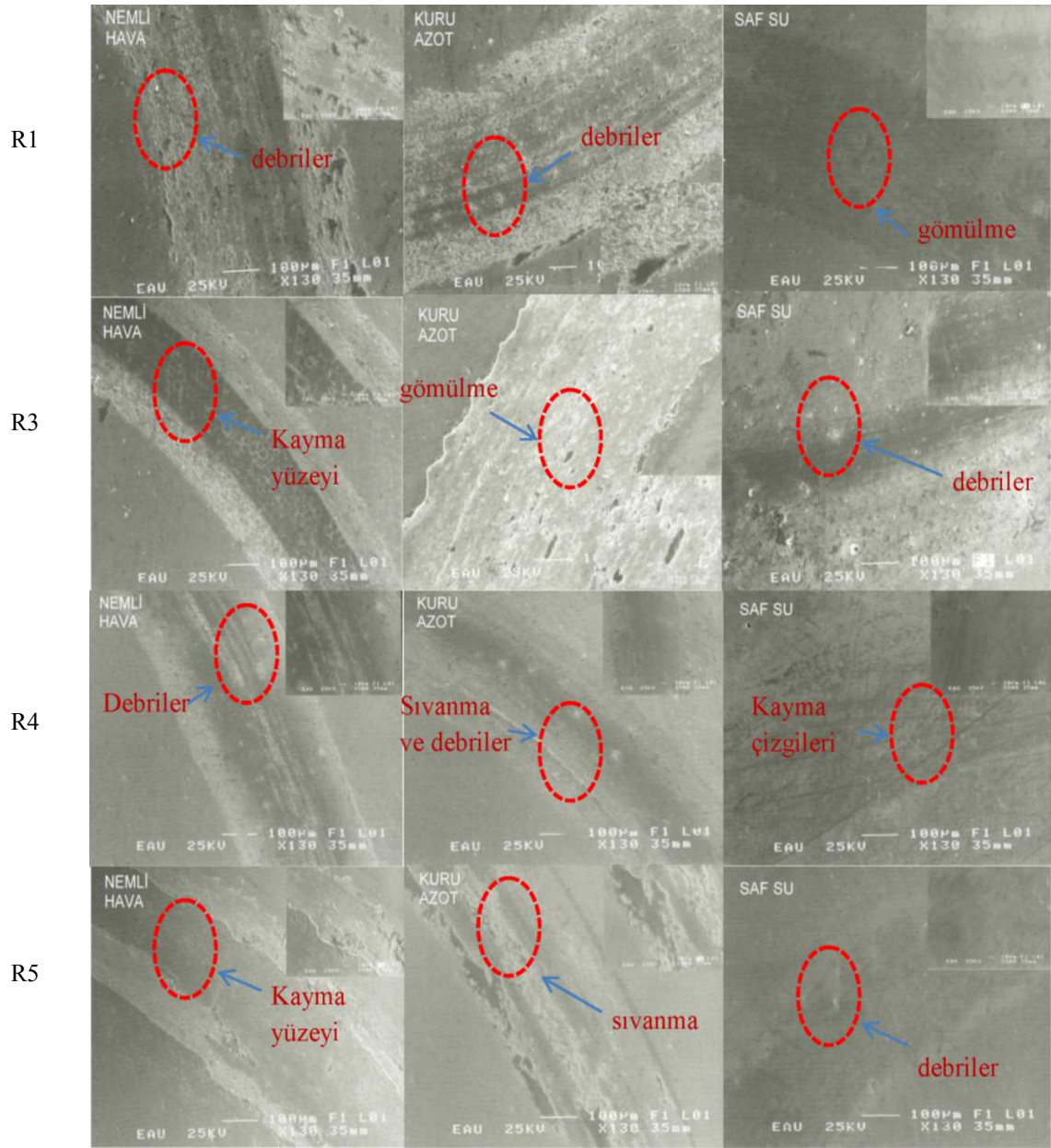
Şekil 4.14. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan CrN/AlN filmlerin Sürtünme katsayısı ve Aşınma oranları ilişkisi



Şekil 4.15. Dokuz farklı kaplama şartında büyütülmüş olan CrN/AlN filmlerin artan sertliğe göre plastik deformasyon direnci ilişkisi

Bütün kaplamalarda su ortamındaki aşınma oranı diğer ortamlara göre azalmıştır. Hava ve su ortamında yapılan deneylerde sürtünme-zaman grafiklerinde görülen filmlerdeki kararlı sürtünme davranışı, kuru azot ortamında ise kararsız sürtünme davranışı yapılan aşınma deneylerindeki aşınma oranı değerlerinde belirleyici olmuştur. Kararlı sürtünme

sergileyen hava ve su ortamlarındaki filmlerde sürtünme katsayısının artışıyla aşınma oranı da artmıştır. Kararsız sürtünme sergileyen kuru azot ortamındaki filmlerde ise, böyle bir genelleme yapmak mümkün değildir. Bunun nedeni hem aşınma izi profillerinden (Şekil 4.16) hem de sürtünme eğrilerinden (Şekil 4.12) hareketle, sürtünmenin zamanla aşınma izi içerisinde oluşturduğu abrazif ürünlerin aşınan yüzeyin kenarlarına sıvanarak aşınma alanını değiştirdiği, filmlerin aşınma izi içerisindeki yaklaşık aynı boyuta sahip çok küçük aşınma ürünleri (debri)'nin gömülme (embedding), sıkışma (entrapping) ve gizlenme (hiding) mekanizması dahilinde transfer filmin oluşumunda etkili olduğu söylenebilir (Chang *et al.* 2004; Goldshmit *et al.* 2005). Şekil 4.16'de R1, R3, R4 ve R5 deney şartlarında farklı ortamlarda yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen aşınma profillerinde aşınma ürünleri (debri), gömülme (embedding) ve gizlenme (hiding) mekanizması açıkça görülmektedir. Böylece farklı üç ortamda yapılan aşınma deneyleri sonucunda artan sertlik ve plastik deformasyon direnci, sürtünme katsayısının ve buna bağlı olarak aşınma oranının düşmesine sebep olmuştur. Yani sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerleri birbirine paralel olarak değişmektedir. Yüksek sürtünme katsayılı filmlerde, aşınma izi içerisinde gevrek davranış izlerini yansıtan çatlaklar ve pullanmalar (spalling) görülmektedir. Ayrıca filmler üzerindeki aşınma izleri kayma hareketi sonucu nemli havada düzgün bir şekilde, kuru azot ortamında ince parçalı partiküller ve yığılmalar şeklinde oluşmuştur. Saf su ortamında ise taban malzeme üzerinde transfer filmi oluşmuş ve pinin kaplama üzerinde kayması sonucu düşük değerler elde edilmiştir. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin azalan sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerleri sırayla kuru azot, nemli hava ve saf su ortamlarında gerçekleştirilen deney şartlarında elde edilmiştir.

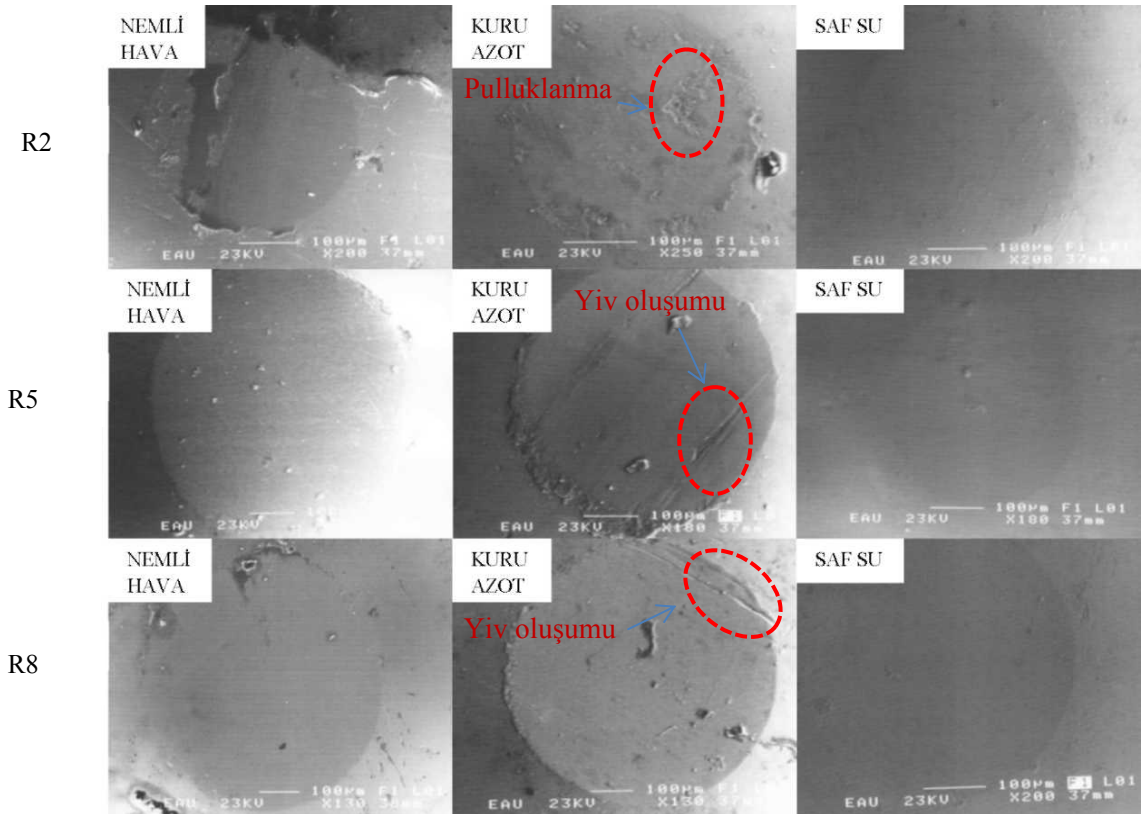


Şekil 4.16. Farklı kaplama şartlarında büyütülmüş olan nemli hava, kuru azot ve saf su ortamlarında yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen örnek aşınma profilleri

Hava ortamında yapılan aşınma deneylerinde film yüzeyinde oluşan oksit miktarı az veya oluşan oksitlerin yeterince yoğun ve kararlı olduğu durumlarda aşınma direncini arttırdığı ve hakim aşınma mekanizmasının adeziv aşınma olduğu söylenebilir. Yüzeyde oluşan bu tabakaların kırılması halinde (örneğin, R8) ise aşınma mekanizması abrasif aşınmaya döner. Abrasif etki ise sürtünme katsayısı ile birlikte aşınmayı artırmaktadır. Film yüzeyinde oluşan oksit tabakası yeterince kalın, kohezyonu ve/veya taban

malzemeye olan adezyonu iyi ise aşınmayı azaltıcı bir etki gösterirken, kırılması halinde abrasif etki yaparak aşınmayı arttırmaktadır. Bu durum hava ortamındaki aşınma oranlarının değişkenliğini açıklamaktadır.

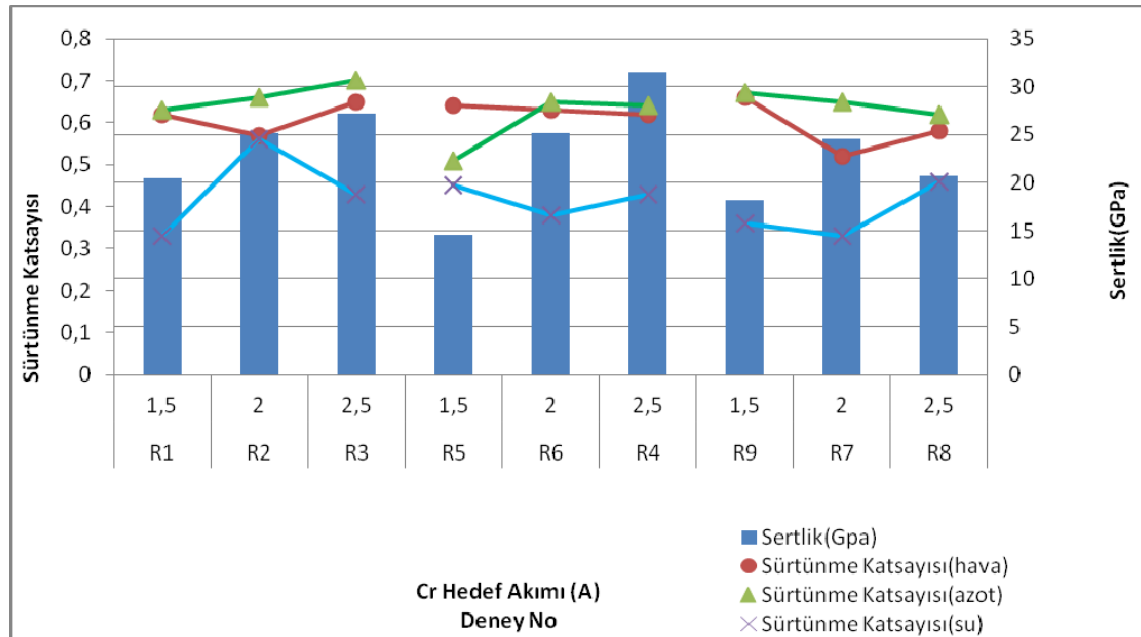
Nemli hava, kuru azot ve saf su ortamlarında yapılan aşınma deneylerinde kullanılan pinlerin SEM görüntüleri Şekil 4.17’de verilmiştir. Kuru azot ortamında R5 deney şartlarında pinde oluşan abrazif aşınmayla yiv oluşumu, R2 de ise abrazif aşınmayla belirgin pulluklanma oluşumu açıkça görülmektedir. Nemli hava ortamında ise kuru azot ortamına göre bütün deney şartlarında daha az aşınma olduğu görülmektedir. Su ortamında yapılan deneylerin hepsinde neredeyse gözle seçilemeyecek kadar az aşınma olmuştur. Pinlerde ki bu aşınma oranları, CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların sürtünme katsayısı ve aşınma oranları değerlerine paralel bir sonuç vermiştir.



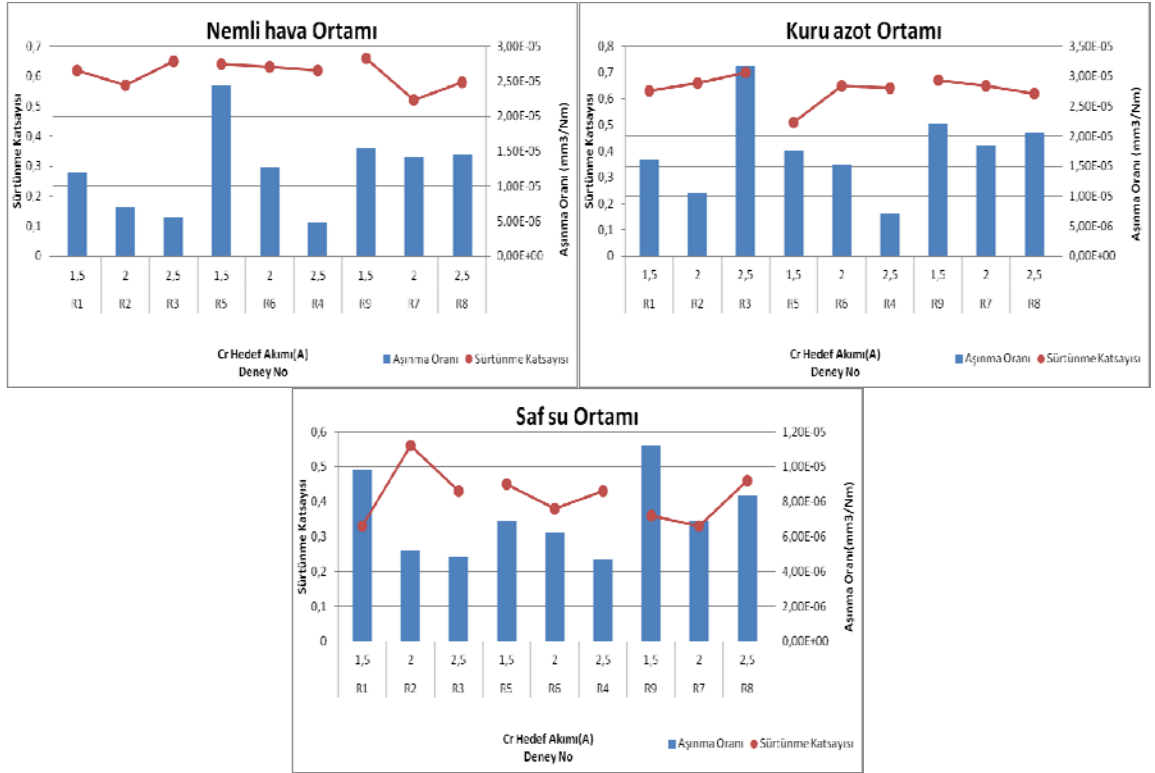
Şekil 4.17. Nemli hava, kuru azot ve saf su ortamlarında yapılan aşınma deneylerinde kullanılan pinlerin SEM görüntüleri örnekleri

Cr hedef akımı arttıkça sertlik artarken, hava ve su ortamında sürtünme katsayıları ve aşınma oranları genelde düşmektedir. Kuru azot ortamında böyle bir genelleme yapmak zordur (Şekil 4.18 ve Şekil 4.19). Al hedef akımı arttıkça sertlik R5 ve R9 hariç artarken, üç ortam içinde sürtünme katsayısı ve aşınma oranlarında bir genelleme yapmak zordur (Şekil 4.20). Cr ve Al hedef akımlarının artışıyla, büyütülen CrN ve AlN tabakaların taban malzeme üzerine adezyonunun ve sertliğin artması ile oluşan düşük temas alanına bağlanmıştır.

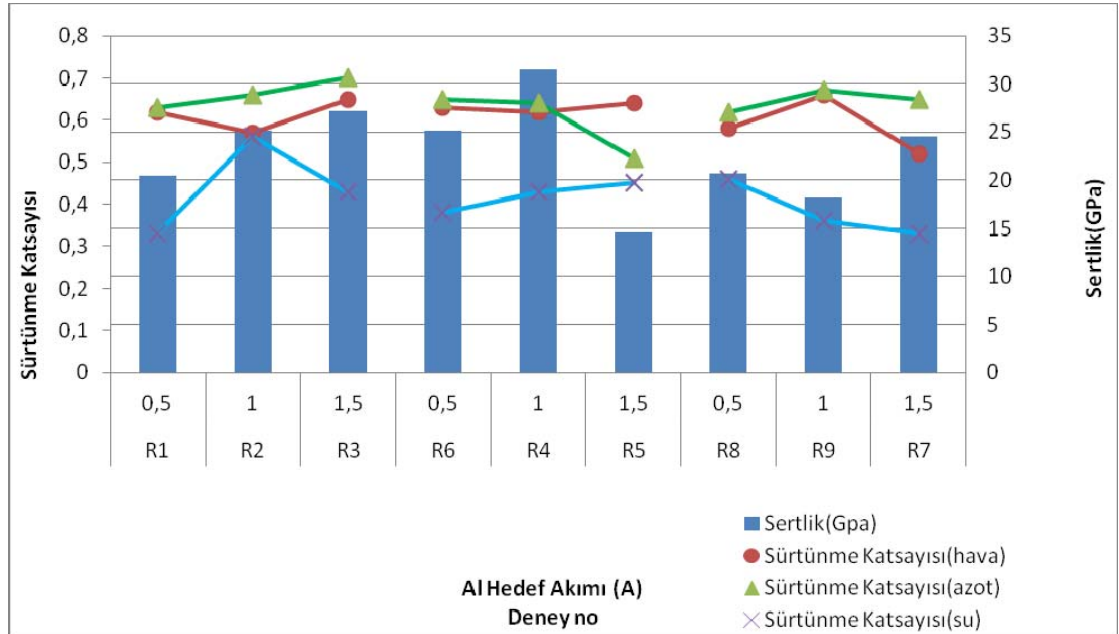
Taban malzemeye uygulanan bias değerleri arttıkça 1.grupta (R1, R2, R3) sertlik artarken, 3.grupta (R7, R8, R9) sertlik düşmüştür. Hava ortamında bias değerleri arttıkça sürtünme katsayısı ve aşınma oranları genel olarak artarken, kuru azot ve su ortamında böyle bir genelleme yapmak zordur (Şekil 4.21).



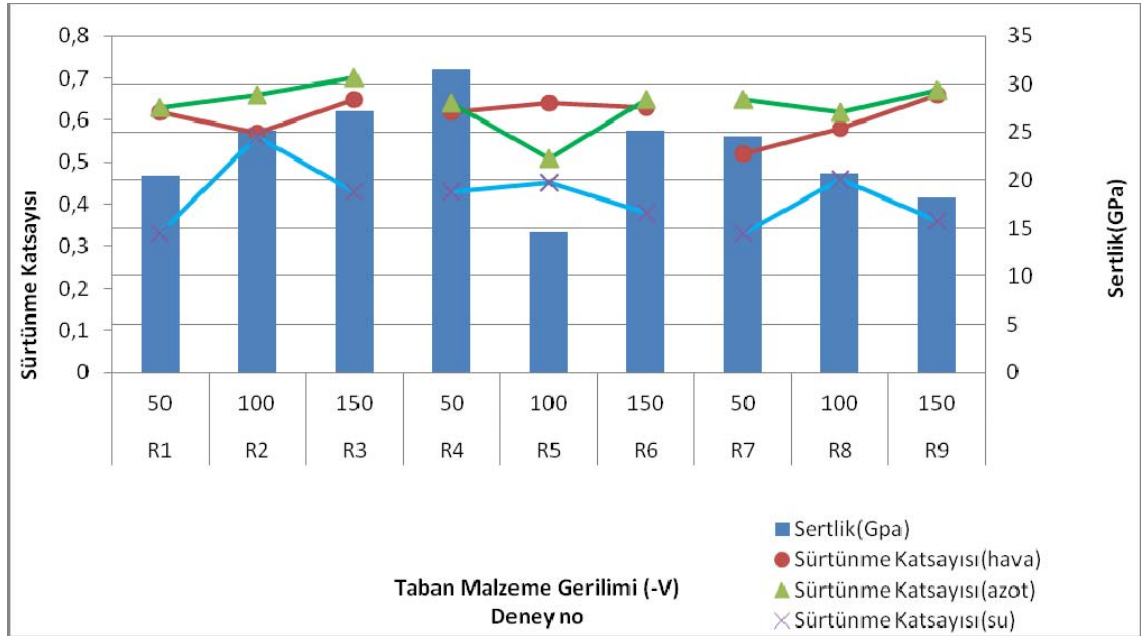
Şekil 4.18. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sertlik ve sürtünme katsayıları değerlerinin Cr hedef akımına göre değişimi



Şekil 4.19. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sürtünme katsayıları ve aşınma oranlarının Cr hedef akımına göre değişimi

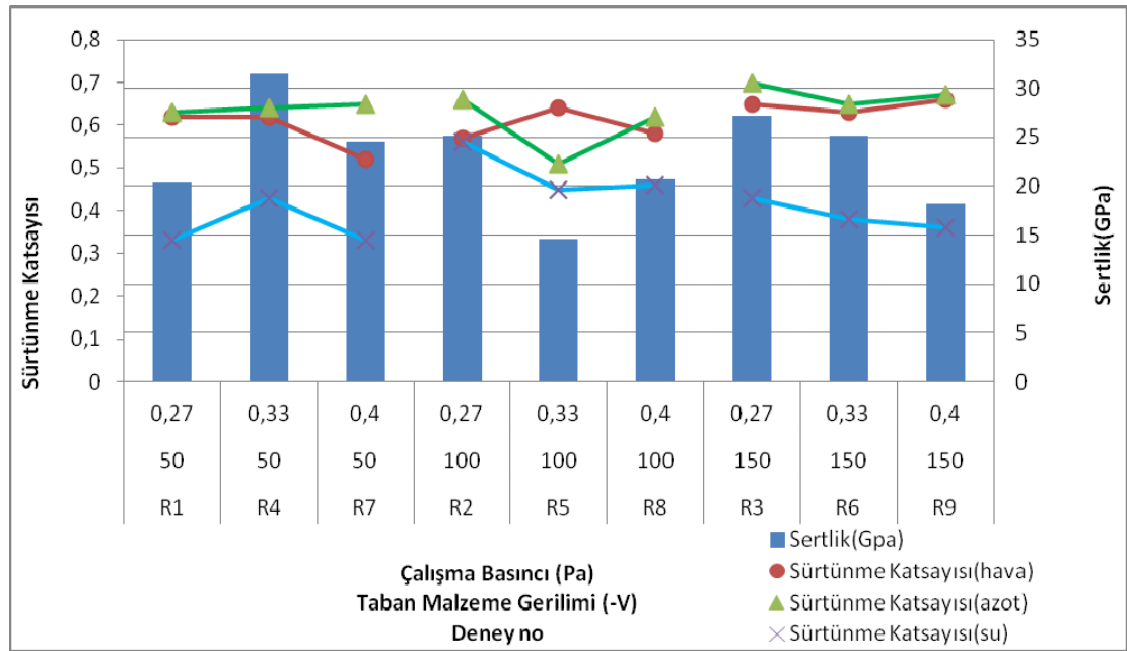


Şekil 4.20. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sertlik ve sürtünme katsayıları değerlerinin Al hedef akımına göre değişimi



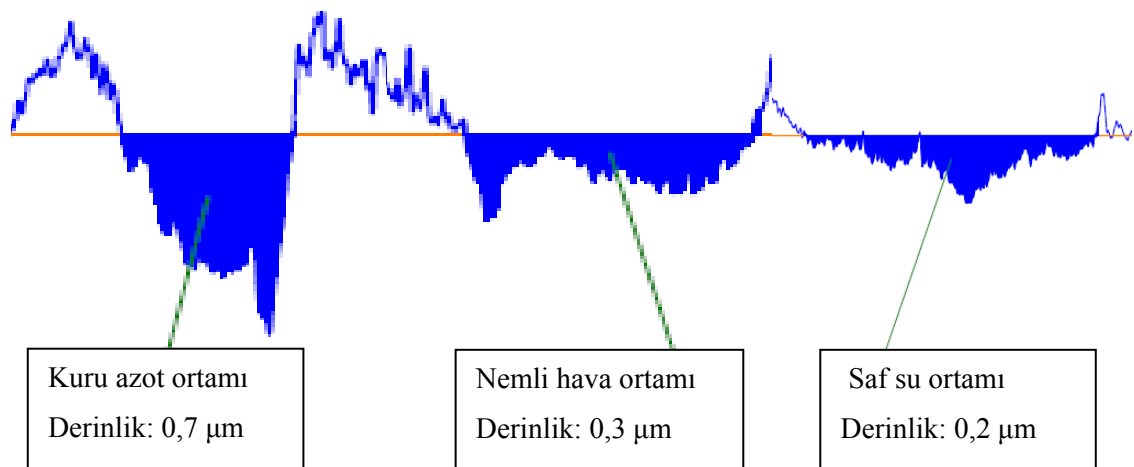
Şekil 4.21. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sertlik ve sürtünme katsayıları değerlerinin taban malzemeye uygulanan bias değerlerine göre değişimi

Sabit bias değerlerinde çalışma basıncı arttıkça genelde sertlik düşmekte, kuru azot ortamında sürtünme katsayıları ve aşınma oranları genelde artmaktadır. Hava ve su ortamında böyle bir genelleme yapmak zordur (Şekil 4.22). Kaplama esnasında çalışma basıncının artması sıçratılmış iyonların kapalı manyetik alandan taban malzeme üzerine varmadan kaçma oranını artırmaktadır. Buda taban malzeme üzerine büyüyen kaplama miktarını azaltmaktadır. Kaplama kalınlığının azalması kaplamanın yük taşıma kapasitesini azaltmakta ve sertlikle beraber tribolojik özelliklerini de kötüleştirmektedir.



Şekil 4.22. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sertlik ve sürtünme katsayıları değerlerinin çalışma basıncı değerlerine göre değişimi

D2 çelik taban malzeme üzerine büyütülmüş CrN/AlN çok tabakalı filmlerin aşınma deneyi sonrasında yaklaşık aşınma oranı değerlerinin hesaplanması için kullanılan aşınma profillerinin örnek görüntüleri Şekil 4.23’de görülmektedir. Aşınma derinliklerine baktığımızda aşınma oranlarına paralel olarak, en fazla derinlik kuru azot ortamında sonra nemli hava ortamında en az derinlik ise su ortamında elde edilmiştir.



Şekil 4.23. Aşınma profillerinin örnek görüntüleri

Sonuç olarak CrN/AlN kaplamaların çok tabakalı yapısı, yük altında iken gerilme noktalarının gevşeme yeteneğini geliştirmeğe yardımcı olabilir. Aynı şekilde çok tabakalı yapılar hat boyunca hızlı bir rahatlama ve gerilme gevşemesi, tabakalar içinde mikro çatlak oluşumunu engellenmesini sağlarlar. Bu nedenle önemli ölçüde kaplamaya tokluk ve çatlama direnci sağlamaktadır. Kaplamada AlN tabakasının da benzer bir etkiyle yükü absorbe etme yeteneğinin olduğuna inanılmaktadır (Lin *et al.* 2010)

Ancak bu çalışmada elde edilen sürtünme katsayısı değerleri, taban malzeme olarak D2 takım çeliği yada muadilleri kullanılarak nemli hava ortamında yapılan deneylerde, literatürde bildirilen birçok sürtünme katsayısı değerlerinden (Referans ve sürtünme katsayıları sırasıyla, Lin *et al.* 2009a, 0,35-0,55; Lin *et al.* 2009b, 0,32-0,58; Cabrera *et al.* 2011, 0,2-0,3) daha yüksek olduğunu belirtmek gerekir. Bu çalışmada CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların sertlik ve plastik deformasyon direnci değerlerinin (sertlik (GPa) ve plastik deformasyon direnci (GPa) değerleri sırayla, 14,6-31,5; 0,04-0,14) diğer çalışmalara göre (Referans, sertlik (GPa) ve plastik deformasyon direnci (GPa) değerleri sırayla, Lin *et al.* 2009a, 30-42, 0,3-0,5; Lin *et al.* 2009b, 25-45, 0,23-0,47; Cabrera *et al.* 2011, 20-28, 0,15-0,28) nisbeten düşük olması nedeniyle olduğu düşünülmektedir.

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Mikroyapı:

• CFUBMS yöntemi ile büyütülen çok tabakalı CrN/AlN filmlerin çok yoğun, sütunlu, düzgün ve pürüzsüz bir mikroyapıya sahip olduğu görülmüştür. Bu mükemmel yapı, yeterli iyon-akım yoğunluğu sağlayan CFUBMS sistemi, plazma oluşumu-boşalmasında çok kararlı bir süreç oluşturan bias-dc yöntemi ve taban malzemelerin döndürülmesi sonucu ortaya çıkmıştır.

Film kalınlığı:

• CrN/AlN çok tabakalı filmler için, en düşük film kalınlığı taban malzemeye uygulanan en düşük voltaj (-50 V), en yüksek çalışma basıncı (0,4 Pa) ve en yüksek Al hedef akımına (1,5 A) sahip 7nci deneyde 0,9 μm olarak ulaşılmıştır. Maksimum film kalınlığına ise taban malzemeye uygulanan en yüksek voltaj (-150 V), en düşük çalışma basıncı (0,27 Pa), en yüksek Cr ve Al hedef akımına (sırayla 2,5 A ve 1,5 A) sahip 3ncü deneyde 1,4 μm olarak ulaşılmıştır.

• Cr hedef akımı artışıyla kaplama kalınlıkları artmıştır. Bu, artan iyonizasyon ile hedeften sıçratılan atom miktarının artısına bağlanmıştır.

Kristal yapı:

• Üretilen CrN/AlN çok tabakalı filmlerde CrN(111) ve süper kafes CrN(200), AlN(200) yönlenmeleri tespit edilmiştir. Filmlerde süper kafes fazların kararlı ve aralarında uyumlu bir yapı sergilediği gözlenmiştir.

- Dokuz farklı kaplama şartında büyütülen CrN/AlN çok tabakalı filmlerin kristalografik yönlenmesinde çalışma basıncı ve bias değerlerinin etkisi net bir şekilde ayırt edilemezken, Cr hedef akımının yüksek olduğu deney şartlarında, süper kafes CrN(200) ve AlN(200) yönlenmelerinin belirginleştiği/güçlendiği gözlenmiştir.

Elementel analiz:

- Bias-dc manyetik alanda sıçratma tekniği ile büyütülmüş CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların elementel analizinde elde edilen sonuçlara göre Al hedef akımı artarken Cr/Al (at.% ve wt.%) oranlarının düştüğü gözlemlenmiştir. Al elementinin kaplamanın Cr/Al oranlarında Cr elementine göre etkisinin daha fazla olduğu görülmüştür.
- Filmin tabanına yakın bölgedeki Fe ve C elementlerinin mevcudiyeti filmlerin taban malzemeye nüfuziyetinin yüksek olduğunu bize göstermektedir.
- Cr, Al ve N elementlerinin film tabanından yüzeye doğru dağılımı, farklı tabakalar arasında keskin bir şekilde tanımlanmış arayüzlerin varlığını açıkça ortaya koymuştur.

Nanosertlik:

- Yapılan sertlik deneyleri sonucuna göre en yüksek sertlik değeri R4 deney şartlarında kaplama kalınlığı 1,15 μm , en yüksek Cr hedef gücünde (2,5 A) ve 1 A Al hedef akımında 31,5 GPa olarak bulunmuştur. En düşük sertlik değeri ise R5 deney şartlarında kaplama kalınlığı 1,10 μm , en düşük Cr hedef gücünde (1,5 A) ve 1,5 A Al hedef akımında 14,6 GPa olarak bulunmuştur.
- Çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların sertlik değerleri tek tabakalı CrN ve AlN kaplamalara göre çok daha yüksektir (Referans, CrN, AlN ve CrN/AlN kaplama sertlik (GPa) değerleri sırayla, Kim *et al.* 2003, 27, 22, 37; Park and Baik 2005, 25, 16, 43; Tien and Duh 2006, 20, 12, 28; Lin *et al.* 2009b, 23, 25, 45; Cabrera *et al.* 2011, 18, 15,

28). Bu kaplamaların çok tabakalı yapısına ve bu yapıya bağlı gelişen mekanizmalara bağlanmıştır.

- CrN/AlN çok tabakalı filmlerin büyütülmesinde proses parametrelerinde Cr hedef akımının artmasıyla sertlik ve elastisite modülü değerleri artmaktadır. Fakat Al hedef akımı için böyle bir genelleme yapmak zordur.
- CrN/AlN çok tabakalı filmlerin sertlik ve elastisite modülü değerleri birbirine paralel olarak değişmektedir.
- CrN/AlN çok tabakalı filmlerde genelde kaplama kalınlığının artmasıyla sertlik değerleri artmaktadır. Bu kalınlık artışı filmin yük taşıma kapasitesini artırmış ve sertliğin artmasında rol oynamıştır.
- Çok tabakalı CrN/AlN filmlerde oluşan süper kafes yapısının keskin bir arayüz oluşturduğu, bu tabakalı yapıların ise dislokasyon hareketini engelleyici görev yaptığı ve bu nedenle de sertlik de artışa sebep olduğu açık bir şekilde görülmüştür.

Tribolojik etkinlik:

- CrN/AlN filmlerin en düşük sürtünme katsayıları hava ortamında yapılan deneylerde 0,525, kuru azot ortamında yapılan deneylerde 0,515, su ortamında yapılan deneylerde ise 0,330 olarak bulunmuştur. En düşük aşınma oranları ise R4 deney şartlarında büyütülen CrN/AlN çok tabakalı filmlerin farklı ortamlarda yapılan aşınma deneylerinde: nemli hava ortamında yaklaşık aşınma oranı $4,72E-06 \text{ mm}^3/\text{Nm}$, kuru azot ortamında yaklaşık aşınma oranı $7,22E-06 \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ve saf su ortamında yaklaşık aşınma oranı $4,67E-06 \text{ mm}^3/\text{Nm}$ olarak bulunmuştur.
- Filmlerin sertlik artışıyla sürtünme katsayılarında ve aşınma oranlarında azalma eğilimi gözlenmiştir. Cr hedef akımının artmasıyla oluşan kalınlık artışı, hem filmin yük

taşıma kapasitesini artırmış, hem de gerçek temas alanını azaltarak sürtünme katsayısını azaltmıştır.

- CrN/AlN çok tabakalı filmlerin hava ve su ortamlarındaki sürtünme grafikleri genelde çok kararlı bir sürtünme davranışı sergilediği, kuru azot ortamında ise genelde kararsız bir sürtünme eğrisi sergilediği gözlenmiştir. Bu hava ortamında film yüzeyinde oluşan oksit tabakasına, su ortamında muhtemelen pinin su üzerinde kayıcı teması sayesinde kendi kendine ince kaygan bir tabaka oluşumuna ve kuru azot ortamında film yüzeyinde oksit tabakasının oluşmamasına bağlanmıştır.

- Filmlerden elde edilen aşınma oranı değerlerinin sürtünme katsayısı değerleri ile genel olarak paralel olduğu gözlenmiştir. Yani yüksek sürtünme katsayısı elde edilen sert filmlerden yüksek aşınma oranı, düşük sürtünme katsayısı elde edilenlerden düşük aşınma oranı elde edilmiştir. CrN/AlN çok tabakalı filmlerin azalan sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerleri sırayla kuru azot, nemli hava ve saf su ortamlarında gerçekleştirilen deney şartlarında elde edilmiştir.

- Farklı üç ortamda yapılan aşınma deneyleri sonucunda artan sertlik ve plastik deformasyon direnci, sürtünme katsayısının ve buna bağlı olarak aşınma oranının düşmesine sebep olmuştur. Yani sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerleri birbirine paralel olarak değişmektedir.

- İnce filmlerin plastik deformasyon direnci (H^3/E^2 değeri), aşınma ve sürtünme davranışlarının belirlenmesinde güçlü bir parametredir. Plastik deformasyon direncinin yüksek olması sürtünme ve aşınma özelliklerini iyileştirir.

- CrN/AlN çok tabakalı filmlerde tabakaların özellikle filmlerin tokluğunu artırdığı düşünülmektedir.

- Nemli hava, kuru azot ve saf su ortamlarında yapılan aşınma deneylerinde kullanılan pinlerin aşınma oranlarında, CrN/AlN çok tabakalı kaplamaların sürtünme katsayısı ve aşınma oranları değerlerine paralel bir sonuç gözlenmiştir.
- Yüksek sürtünme ve aşınma oranları elde edilen filmlerde, aşınma izi içerisinde gevrek davranış izlerini yansıtan çatlaklar ve pullanmalar görülmüştür.
- Aşınma deneyi sonrası filmlerin aşınma profillerinde oluşan derinliklerine baktığımızda aşınma oranlarına paralel olarak, en fazla derinlik kuru azot ortamında sonra nemli hava ortamında en az derinlik ise su ortamında elde edilmiştir.
- Kaplama parametrelerine göre CrN/AlN çok tabakalı filmlerin tribolojik özelliklerine bakacak olursak; sabit bias değerlerinde çalışma basıncı arttıkça genelde sertlik düşmekte, kuru azot ortamında sürtünme katsayıları ve aşınma oranları genelde artmaktadır. Hava ve su ortamında böyle bir genelleme yapmak zordur. Bu kaplama kalınlığının azalmasıyla kaplamanın yük taşıma kapasitesini azaltmakta ve sertlikle beraber tribolojik özelliklerini de kötüleştirmektedir.
- CrN/AlN çok tabakalı filmler için, kaplama parametrelerinden çalışma basıncı ve bias değerlerinin filmin özelliklerinde bileşik bir etkiye sahip olduğu söylenebilir. Bu bileşik etkinin plazma içerisinde kararlı bir süreç oluşturduğu ve bu olumlu etkinin, filmlerin mekanik ve tribolojik özellikleri üzerinde de görüldüğü düşünülmektedir.

5.2. Öneriler

CFUBMS yöntemi ile kaplanmış çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların yüksek sertlikleri ve plastik deformasyon dirençleri sayesinde farklı ortamlardaki (kuru azot, nemli hava, saf su) düşük aşınma oranları, bu filmlerin endüstride özellikle nemli hava ortamında yüksek sertlik istenen kesici takımlarda (metal şekillendirme, kesme ve delme takımlarında, bakır alaşımlarını kesme işlemlerinde) kullanılabilmesini sağlamıştır (Kim

et al. 2008). Fakat yüksek sertliğin adezyonu azaltması sebebiyle filmlerin daha uzun ömürlü olabilmesi için öncelikle bu filmlerin adezyon testleri yapılabilir ve sonuçlara göre adezyon özelliklerinin iyileştirilmesi yoluna gidilebilir. Ayrıca çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların yüksek sıcaklıklarda (500°C-850°C) mekanik özelliklerinin bozulmadığı görülmüştür (Tien and Duh 2006). Aynı şekilde yüksek sıcaklıklarda çok tabakalı CrN/AlN kaplamaların farklı ortamlardaki (hava ve vakum) tribolojik etkinlikleri araştırılabilir ve filmlerin maksimum ne kadar yüksek sıcaklıklarda çalışabileceği tesbit edilebilir.

KAYNAKLAR

- Alkjærsg, K., Christensen, H. B., Gupta, B. K., Jensen, H., Jensen, U. M., Pedersen, G. N., Sorensen, G., 1992. Ion bombardment of AlN films deposited in a reactive sputtering process with accurate control of the mass flow of the reactive gas, *Surface and Coatings Technology*, Volume 51, 500-508
- Ahmed, W., Kelly, P. J., Arnell, R. D., and Afzal, A., 1996. Novel engineering coatings produced by closed-field unbalanced magnetron sputtering, *Materials and Design*, 17, 215-219
- Arnell, R. D. and Kelly, P. J., 1997. Recent Developments in Magnetron Sputtering Systems, *Advances in Surface Engineering*, Vol.II: Process Technology, Edited by: Datta, P. K., Burnell-Gray, J. S., 4th International Conference on Advances in Surface Engineering, 19-30
- Arnell, R. D. and Kelly, P. J., 1999. Recent Advances in Magnetron Sputtering, *Surface and Coatings Technology*, 112, 170-176
- Arslan, E., Bülbül, F., Alsaran, A., Celik, A., Efeoglu, I., 2005. The effect of deposition parameters and Ti content on structural and wear properties of MoS₂-Ti coatings, *Wear*, 259, 814-819
- Acosta, J., Rojo, A., Salas, O., Oseguera, J., 2007. Process monitoring during AlN deposition by reactive magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology*, 201, 7992-7999
- Aran, A., 2008. Malzeme Bilgisi Kitabı, İTÜ Makine Fakültesi, 94, İstanbul.
- Bhushan, B., and Gupta, K.B., 1991. *Handbook of Tribology: materials, coatings and surface treatments*, USA, 1140
- Bull, S.J., Jones, A. M., 1996. Multilayer coatings for improved performance, *Surface and Coatings Technology*, 78, 173-184
- Bouzakis, K.-D., Vidakis, N., Michailidis, N., Leyendecker, T., Erkens, G., Fuss, G., 1999. Quantification of properties modification and cutting performance of (Ti_{1-x}Al_x)N coatings at elevated temperatures, *Surface and Coatings Technology*, 120-121, 34-43
- Bunshah, R.F., 2001. *Handbook of hard coatings, Deposition Technologies, Properties and Applications*, University of California, Los Angeles Los Angeles, California, Noyes publications.
- Berger, M., Karlsson, L., Larsson, M., and Hogmark, S., 2001. Low stress TiB coatings with improved tribological properties, *Thin Solid Films*, 401, 179-186
- Bülbül, F., 2006. Darbeli d-c manyetik alanda sıçratma yöntemi ile kaplanan TiB₂ ve Me-DLC filmlerin mekanik, yapısal ve tribolojik özelliklerinin araştırılması. Doktora tezi. Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum
- Bülbül, F., Efeoglu, I., Arslan, E., 2007. The effect of bias voltage and working pressure on S/Mo ratio at MoS₂-Ti composite films, *Applied Surface Science*, 253, 4415-4419
- Baran, Ö., 2007. Kapalı alan dengelenmemiş magnetron sıçratma (cfubms) yöntemi ile büyütülmüş MOS₂-NB kompozit filmlerin farklı ortamlarda tribolojik özelliklerinin araştırılması. Y.Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum

- Bourhis, E. Le., Goudeau, P., Staia, M. H., Carrasquero, E., Puchi-Cabrera, E. S., 2009. Mechanical properties of hard AlCrN-based coated substrates, *Surface and Coatings Technology*, 203, 2961–2968
- Bartosik, M., Daniel, R., Mitterer, C., Keckes, J., 2010. Thermally-induced formation of hexagonal AlN in AlCrN hard coatings on sapphire: Orientation relationships and residual stresses, *Surface and Coatings Technology*, 205, 1320–1323
- Cansever, N., 2001. Manyetik alanda sıçratma yönteminde son gelişmeler. *Mühendis ve makine*, Sayı:469, 18-23
- Chen, Y-H., Lee, K.W., Chiou, W-A., Chung, Y-W., and Keer, L.M., 2001. Synthesis and structure of smooth, superhard TiN/SiNx multilayer coatings with an equiaxed microstructure, *Surface and Coatings Technology*, 146-147, 209-214
- Cooke, K. E., Bamber, M., Bassas, J. Boscarino, D., Derby, B., Figueras, A., Inkson, B. J., Rigato, V., Steer, T., Teer, D.G., 2003. Multilayer nitride coatings by closed field unbalanced magnetron sputter ion plating, *Surface and Coatings Technology*, Volume 162, 276-287
- Cooke, K. E., Hampshire, J., Southall, W., Teer, D. G., 2004. The industrial application of pulsed DC bias power supplies in closed field unbalanced magnetron sputter ion plating, *Surface and Coatings Technology*, 177-178, 789-794
- Chang, Y., Wang, D., Chang, C., Wu, W., 2004. Tribological analysis of nanocomposite diamond-like carbon films deposited by unbalanced magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology*, 184, 349-355
- Chu, K., Shen, Y.G., 2008. Mechanical and tribological properties of nanostructured TiN/TiBN multilayer films, *Wear* (265), 516–524
- Cabrera, G., Caicedo, J.C., Amaya, C., Yate, L., Munoz, Saldana J., Prieto P., 2011. Enhancement of mechanical and tribological properties in AISI D3 steel substrates by using a non-isostructural CrN/AlN multilayer coating, *Materials Chemistry and Physics*, 125, 576–586
- Çınar, O., 1998. TiAlN, TiN Tek ve Çok Katlı Kaplamaların Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul
- Çelik, A., Alsaran, A. ve Karakan, M., 2002. Plazma ile Termokimyasal Yüzey İşlemleri. *Mühendis ve Makina*, 43/510, 17-21
- Dimitrova, V. I., Manova, D. I., Dechev, D. A., 1998. Study of reactive DC magnetron sputtering deposition of AlN thin films, *Vacuum*, Volume 49, 193-197
- Ding, J.U., Meng, Y., Wen, S., 2000. Mechanical properties and fracture toughness of multilayer hard coatings using nano indentation, *Thin Solid Films*, 371, 178-182
- Donnet, C. and Erdemir A., 2004. Historical developments and new trends in tribological and solid lubricant coatings, *Surface and Coatings Technology*, 180–181, 76–84
- Efeoglu, İ., Arnell, R., Tinston, S., Teer, D., 1993. The mechanical and tribological properties of TiAlN coatings formed in a four magnetron closed-field sputtering system, *Surface And Coatings Techonolgy*, 57, 117-121
- Efeoglu, İ., Çelik, A., 2001. Mechanical and structural properties of AISI 8620 steel TiN coated, nitrided and TiN coated+nitrided, *Materials Characterization*, 46, 311–316
- Figueroa, U., Salas, O., Oseguera, J., 2004. Production of AlN films: ion nitriding versus PVD coating, *Thin Solid Films*, 469–470, 295– 303

- Fouvry, S. and Kapsa, Ph., 2001. An energy description of hard coating wear mechanisms, *Surface and Coatings Technology*, 138, 2-3, 141-148
- Grainger, S., Blunt, J., 1998. *Engineering Coatings-Design and Application*, Woodhead Publishing Ltd, 194-214
- Goldshmit, J., Sutter, E., Moore, J.J., Mishra, B., Crowder, M., 2005. Microstructure of amorphous diamond-like carbon thin films and changes during wear, *Surface and Coatings*, 200, 7-21, 2386-2390
- Holleck, H., 1986. Material selection for hard coatings, *Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 4(6), 2661-2669
- Holmberg, K., Matthews, A., 1994. *Coating Tribology*, Elsevier Tribology Series, (11), 172-189
- Holleck, H. and Schier, V., 1995. Multilayer PVD coatings for wear protection, *Surface and Coatings Technology*, 76-77, 328-336
- Holmberg, K., Ronkainen H., Matthews, A., 2000. Tribology of thin coatings, *Ceramics International*, 26, 787-795
- Jensen, H., Sorensen, G., Mannike I., Muktepavela F., Sobota, J., 1999. Reactive sputtering of nanostructured multilayer coatings and their tribological properties, *Surface and Coatings Technology*, Volumes 116-119, 1070-1075
- Karner, H., Laimer, J., and Störi, H., 1989. Preparation of TiB₂ and TiB_xN_y coatings by PACVD, *Surface and Coatings Technology*, 39/40, 293-300
- Kelly, P.J., Armell, R. D., Ahmed, W., 1993. Some Recent Applications of Materials Deposited by Unbalanced Magnetron Sputtering, *Surface Engineering*, 9(4), 287-291
- 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
- Kim, G. S., Lee, Sang Y., Hahn, Jun H., Lee, Sang Y., 2003. Synthesis of CrN/AlN superlattice coatings using closed-field unbalanced magnetron sputtering process, *Surface and Coatings Technology*, 171, 91-95
- Kim, H., Jung, D.H., Park, B., Yoo, K.C., Lee, J.J., Joo, J.H., 2005. The effect of the substrate bias voltage and the deposition pressure on the properties of diamondlike carbon produced by inductively coupled plasma assisted chemical vapor deposition, *Surface and Coatings Technology*, 193, 255-258
- Kim, G. S. and Lee S. Y., 2006. Microstructure and mechanical properties of AlCrN films deposited by CFUBMS, *Surface and Coatings Technology*, 201, 4361-4366
- Kim, G. S., Kim, B. S., Lee, S. Y., Hahn, J. H., 2006. Effect of Si content on the properties of TiAl-Si-N films deposited by closed field unbalanced magnetron sputtering with vertical magnetron sources, *Thin Solid Films*, Volumes 506-507, 128-132
- Kim, B. S., Kim, G. S., Lee, S. Y., Lee, B. Y., 2008. Effects of Al target power on the mechanical and oxidation resistance of the CrN/AlN multilayer coatings, *Surface and Coatings Technology*, 202, 5526-5529
- Kim, Y. J., Byun, T. J., Han, J. G., 2009. Bilayer period dependence of CrN/CrAlN nanoscale multilayer thin films, *Superlattices and Microstructures*, 45, 73-79

- Lating, K., Hampshire, J., Teer D., Chester G., 1999. The Effect of Ion Current Density on the Adhesion and Structure of Coatings Deposited by Magnetron Sputter Ion Plating, *Surface and Coatings Technology*, 112, 177-180
- Li, Q., Kim, I. W., Barnett, S. A., Marks, L. D., 2002. Structures of AlN/VN superlattices with different AlN layer thicknesses, *J Mater Res*, 17 (5), 1224-3
- Li, D. J., Guruz, M. U., Bhatia, C. S., Chung, Y. W., 2002. Ultrathin CNx overcoats for 1 Tb/in² hard disk drive systems, *Applied Physics Letters*, 81, 1113
- Lee, K.W., Chen, Y., Chung, Y., and Keer, L.M, 2004. Hardness, internal stress and thermal stability of TiB/TiC multilayer coatings synthesized by magnetron sputtering with and without substrate rotation, *Surface and Coatings Technology*, 177-178, 591-596
- Lin, J., Moore, J. J., Mishra, B., Pinkas, M., Zhang, Xuhai., Sproul, W. D., 2009a. CrN/AlN superlattice coatings synthesized by pulsed closed field unbalanced magnetron sputtering with different CrN layer thicknesses, *Thin Solid Films*, 517, 5798–5804
- Lin, J., Moore, J. J., Mishra, B., Pinkas, M., Sproul, W. D., 2009b. Nano-structured CrN/AlN multilayer coatings synthesized by pulsed closed field unbalanced magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology*, 204, 936–940
- Lin, J., Moore, J. J., Moerbe, W. C., Pinkas, M., Mishra, B., Doll, G. L., Sproul, W. D., 2010. Structure and properties of selected (Cr–Al–N, TiC–C, Cr–B–N) nanostructured tribological coatings, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 28, 2–14
- Musil, J., Kadlec, S., Vyskocil, S and Poulek, V., 1989. Reactive deposition of hard coatings, *Surface and Coatings Technology*, 39/40, 301-314
- Mitterer, C., Rauter, M., and Rödhammer, P., 1990. Sputter deposition of ultrahard coatings within the system Ti-B-C-N, *Surface and Coatings Technology*, 41, 351-363
- Monaghan, D. and Arnell, R. D., 1992. Novel PVD Films by Unbalanced Magnetron Sputtering, *Vacuum*, (43), 77-81
- Manova, D., Dimitrova, V., Fukarek, W., Karpuzov, D., 1998. Investigation of d.c. reactive magnetron-sputtered AlN thin films by electron microprobe analysis, X-ray photoelectron spectroscopy and polarised infra-red reflection, *Surface and Coatings Technology*, 106, 205–208
- Musil, J., 1998. Low-Pressure Magnetron Sputtering, *Vacuum*, (50) 3-4, 363-372
- 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
- Mayrhofer, P.H., Willmann, H., Mitterer, C., 2003. Recrystallization and grain growth of nanocomposite Ti–B–N coatings, *Thin Solid Films*, 440, 174-179
- Myung, H.S., Park, Y.S., Lee, J.W., Hong, B., Han, J.G., 2004. Structures and mechanical properties of diamond like carbon films prepared by closed-field unbalanced magnetron sputtering, *Thin Solid Films*, 475, 1-2, 303–307
- Mikula, M., Grančič, B., Buršíková, V., Csuba, A., Držík, M., Kavecký, Š., Plecenik, A., Kúš, P., 2007. Mechanical properties of superhard TiB₂ coatings prepared by DC magnetron sputtering, *Vacuum*, Volume 82, 278-281

- Oliveira, I.C., Grigorov, K.G., Maciel, H.S., Massi, M., Otani, C., 2004. High textured AlN thin films grown by RF magnetron sputtering; composition, structure, morphology and hardness, *Vacuum*, 75, 331–338
- Özmen, Y., 2004. Makine elemanlarının tribolojik hasarları ve uygun malzeme seçimi. *Makine Teknolojileri*, 2004 (1), 31-37
- Özet, M., 2008. Bazı metallerin rf magnetron sıçratma yöntemiyle TiN ve TiN/AlN ile kaplanması. Yüksek Lisans Tezi. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri
- Pan, W.L., Yu, G., Huang, J., 1998. Mechanical properties of ion-plated TiN films on AISI D2 steel. *Surface and Coating Technology*, (137), 255-264
- Prakash, B., Richter, E., Pattyn, H., and Celis, J.P., 2003. Ti-B and Ti-B-C coatings deposited by plasma immersion ion implantation and their fretting behavior, *Surface and Coatings Technology*, 173, 150-160
- Park, J. K. and Baik, Y. J., 2005. The crystalline structure, hardness and thermal stability of AlN/CrN superlattice coating prepared by D.C. magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology*, 200, 1519-1523
- Panich, N., and Sun, Y., 2006. Mechanical characterization of nanostructured TiB₂ coatings using microscratch techniques, *Tribology International*, 39, 2, 138-145
- Riviere, J.P., Miguet, S., Chaumont, J., and Delafond, J., 1996. Formation of TiB₂ coatings at room temperature by dynamic ion mixing, *Surface and Coatings Technology*, 84, 398-403
- Rother, B., Ebersbach, G., Gabriel, H. M., 1999. Substrate-rotation Systems and Productivity of Industrial PVD Processes, *Surface and Coatings Technology*, 116-119, 694-698
- Rovere, F., Music, D., Schneider, J. M., Mayrhofer, P. H., 2010. Experimental and computational study on the effect of yttrium on the phase stability of sputtered Cr–Al–Y–N hard coatings, *Acta Materialia*, 58, 2708–2715
- Suh, N. P. and Saka N., (Eds.), 1980. *Fundamentals of Tribology*, MIT Press, Cambridge, MA, 455-469
- Sundgren, J. E., Brich J., Hakansson, G., Haltman, I., Helmersson, U., 1990. Growth, structural characterization and properties of hard and wear-protective layered materials, *Thin solid films*, 193-194, 818-831
- Stachowiak, G.W.S, Batchelor, A.W., 1993. *Engineering tribology*, Chapter I, 2-10
- Sproul, W. D., 1996. Physical Vapor Deposition Tool Coatings, *Surface and Coatings Technology*, 81, 1-7
- Setsuara, Y., Miyake, S., 1997. Giappone Study of ceramic heating and sintering by high power millimeter-wave radiation *Proceedings of 1st World Congress on Microwave Processing*, published by The American Ceramic Society, *Ceramic Transaction*, Vol. 80, 313-320
- Suryanarayana, C., Koch, C. C., 1999. Chapter 12 Nanostructured materials, *Pergamon Materials Series*, Volume 2, 313-344
- 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

- Shtansky, D.V., Sheveiko, A.N., Pertzhik, 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
- Sánchez, G., Wu, A., Tristant, P., Tixier, C., Soulestin, B., Desmaison, J., Bologna, A., 2008. Polycrystalline AlN films with preferential orientation by plasma enhanced chemical vapor deposition, *Thin Solid Films*, Volume 516, 4868-4875
- Teer US Patent, 1991. Teer Coatings Ltd, 290 Hartlebury Trading Estate, Hartlebury, Worcestershire DY10 4JB, UK
- Taşçı, S., 2000. CrN ve TiN kaplamaların galvanik korozyon davranışı. Yüksek Lisans Tezi. İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul
- Tien, S. K. and Duh, J. G., 2006. Effect of heat treatment on mechanical properties and microstructure of CrN/AlN multilayer coatings, *Thin Solid Films*, 494, 173-178
- Tien, S. K., Duh, J. G., Lee, J. W., 2007. Oxidation behavior of sputtered CrN/AlN multilayer coatings during heat treatment, *Surface and Coatings Technology*, 201, 5138-5142
- Urgen, M., 1997. Modern Yüzey İşlemleri Teknolojileri ve Türkiye'deki Gelişmeler, 9. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 333-350
- Ye, J., Ulrich, S., Sell, K., Leiste, H., Stuber, M., and Holleck, H., 2003. Correlation between plasma particle fluxes, microstructure and properties of titanium diboride thin films, *Surface and Coatings Technology*, 174-175, 959-963
- Yıldızlı, K., 2008. Plazma Nitrülenmiş Küresel Grafitli Dökme Demirlerin Mikroyapı, mekanik ve tribolojik özelliklerinin araştırılması. Doktora Tezi. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri
- Window, B. and Savvides, N., 1986. *J. Vac. Sci. Technol*, A4(2), 453-456
- Window, B., 1995. Recent Advances in Sputter Deposition, *Surface and Coatings Technology*, 71, 93-97
- Wiecinski, P., Smolik, J., Garbacz, H., Kurzydowski, K. J., 2011. Microstructure and mechanical properties of nanostructure multilayer CrN/Cr coatings on titanium alloy, *Thin Solid Films*, Volume 519, 4069-4073
- Zhang, S., Fu, Y., Du, H., Zeng, X.T., and Liu, Y.C., 2002. Magnetron sputtering of nanocomposite (Ti,Cr)CN/DLC coatings, *Surface and Coatings Technology*, 162, 42-48
- Zambrano, G., Riascos, H., Prieto, P., Restrepo, E., Devia, A., and Rincon, C., 2003. Optical emission spectroscopy study of r.f. magnetron sputtering discharge used for multilayers thin film deposition, *Surface and Coatings Technology*, 172, 144-149
- Zhang, R. F. and Veprek, S., 2007a. Mechanism of the B3 to B1 Transformation in Cubic AlN under Uniaxial Stress, *The American Physical Society*, B 76, 075208
- Zhang, R. F. and Veprek, S., 2007b. Phase stabilities and spinodal decomposition in the Cr_{1-x}Al_xN system studied by ab initio LDA and thermodynamic modeling: Comparison with the Ti_{1-x}Al_xN and TiN/Si₃N₄ systems, *Acta Materialia*, 55, 4615-4624
- Zhang, Z. G., Rapaud, O., Allain, N., Meres, D., Baraket, M., Dong, C., Coddet, C., 2009. Microstructures and tribological properties of CrN/ZrN nanoscale multilayer coatings, *Applied Surface Science*, 255, 4020-4026

ÖZGEÇMİŞ

1981 yılında Erzurum’da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Erzurum’da tamamladı. 2000 yılında girdiği Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü’nden 2005 yılında mezun oldu. 2009 yılında Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda yüksek lisans öğrenimine başladı.

Batman Üniversitesi Meslek Yüksekokulunda 2009 yılından beri Öğretim Görevlisi olarak görev yapmaktadır.