

Termiyonik Vakum Ark Yöntemi ile Bazı İki Boyutlu Hegzagonal Yapıların Üretilmesi

Caner MUSAOĞLU

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

Nanobilim ve Nanoteknoloji Anabilim Dalı

Temmuz 2019

Production of Some Two Dimensional Hexagonal Structures by Thermionic Vacuum Arc

Method

Caner MUSAOGLU

**MASTER OF SCIENCE THESIS**

Department of Nanoscience and Nanotechnology

July 2019

Termiyonik Vakum Ark Yöntemi ile Bazı İki Boyutlu Hegzagonal Yapıların Üretilmesi

Caner MUSAOĞLU

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Lisansüstü Yönetmeliği Uyarınca

Nanobilim ve Nanoteknoloji Anabilim Dalı

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Olarak Hazırlanmıştır

Danışman: Prof. Dr. Suat PAT

Bu tez çalışması TUBİTAK 1512 BİGG Proje çağrısı kapsamında 2170457 no' lu proje ile desteklenmiştir.

Temmuz 2019

## ONAY

Nanobilim ve Nanoteknoloji Anabilim Dalı Yüksek Lisans öğrencisi Caner MUSAOĞLU'nun Yüksek Lisans tezi olarak hazırladığı 'Termiyonik Vakum Ark Yöntemi ile Bazı İki Boyutlu Hegzagonal Yapıların Üretilmesi' başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirerek oy birliği ile kabul edilmiştir.

**Danışman** : Prof. Dr. Suat PAT

**İkinci Danışman** : -

**Yüksek Lisans Tez Savunma Jürisi:**

Üye : Prof. Dr. Suat PAT

Üye : Prof. Dr. Murat TANIŞLI

Üye : Doç. Dr. Hakan GAŞAN

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun ..... tarih ve .....  
sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Hürriyet ERŞAHAN  
Enstitü Müdürü

## ETİK BEYAN

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Prof. Dr. Suat PAT danışmanlığında hazırlamış olduğum ‘Termiyonik Vakum Ark Yöntemi ile Bazı İki Boyutlu Hegzagonal Yapıların Üretilmesi’ başlıklı YÜKSEK LİSANS tezimin özgün bir çalışma olduğunu; tez çalışmamın tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; tezimde verdiğim bilgileri, verileri akademik ve bilimsel etik ilke ve kurallara uygun olarak elde ettiğimi; tez çalışmamda yararlandığım eserlerin tümüne atıf yaptığımı ve kaynak gösterdiğimi ve bilgi, belge ve sonuçları bilimsel etik ilke ve kurallara göre sunduğumu beyan ederim. 03/07/2019

Caner MUSAOĞLU

İmza

## ÖZET

Gelişen teknoloji ile makineleşme gün geçtikçe artmaktadır. Makineleşmenin artması ile yaşanan problemler de artmakta ve bunlara yönelik yeni çözümler önerileri geliştirilmektedir. Bu tez çalışmasında makinelerde yaşanan sürtünme probleminin çözümü için öneriler geliştirilmiştir.

Gündelik hayatta ortalama üretilen enerjinin %25'i sürtünme yüzünden kaybedilmektedir. Bu değer beklenenin çok üzerinde bir orandır. Yaşanan bu kayıplar maliyet artışlarına neden olmaktadır. Ayrıca sürtünme ile parçalar arasında aşınma yaşanarak parçaların ömürleri de azalmaktadır.

Tez çalışmasında hekzagonal yapıda iki boyutlu katı yağlayıcı olarak Bor Nitrür ve Molibden Disülfid kullanılmıştır. Katı yağlayıcı malzemelerde alttaş olarak sanayide en çok kullanılan alüminyum, paslanmaz çelik, nikel ve titanyum tercih edilmiştir. İlk kez bu tez çalışması ile "Termiyonik Vakum Ark" sistemi kullanılarak katı yağlayıcı kaplamalar gerçekleştirilmiştir.

"Termiyonik Vakum Ark" sistemi, diğer kaplama sistemlerine göre üstün özellikler göstermektedir. Sistemde plazma ile kaplama yapılmakta olup, alttaşlara zarar verebilecek ısı oluşmamaktadır. Bu nedenle metallerde kaplama yapmak için en ideal sistem "Termiyonik Vakum Ark" sistemi olmuştur.

Tez çalışmasında sürtünme problemi için geliştirilen kaplamalar üzerinde yapısal inceleme için X-ışını kırınım ve RAMAN kayması ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Yüzey özelliklerini incelenmesi için atomik kuvvet mikroskobu ve temas açısı ölçümleri yapılmıştır. Sürtünme değerlerinin belirlenmesi için aşınma testleri yapılmıştır.

Gerçekleştirilen testlerin sonucunda en düşük sürtünme değeri alüminyum alttaş üzerinde gözlemlenmiştir. Nikel alttaşlarda daha sabit bir sürtünme değeri elde edilmiş ve alttaşların aşınma direnci arttırılmıştır. Paslanmaz çelik alttaş üzerinde de daha kararlı bir sürtünme değeri elde edilmiş ve aşınma direnci arttırılmıştır. Titanyum alttaşta ise sürtünme değerleri azaltılmış ve aşınma direnci arttırılmıştır.

**Anahtar Kelimeler;** Termiyonik Vakum Ark, katı yağlayıcılar, bor nitrür, molibden disülfid

## SUMMARY

Mechanization increases with the developing technology day by day. With the increase mechanization, the problems and new solutions are developed for them. In this thesis, the suggestions have been developed for the solution of friction problem in machines.

In daily life, 25% of the average energy produced is lost due to the friction. This value is much higher than expected. These losses cause incremental costs. In addition, the friction and abrasion between the parts reduce the working life of the parts.

In this thesis, boron nitride and molybdenum disulfide are used as two dimensional solid lubricant in hexagonal structure. Aluminum, stainless steel, nickel and titanium, which are commonly used in industry, are preferred as substrates in solid lubricant materials. In this thesis, solid lubricant coatings were carried out by using “Thermionic Vacuum Arc” for the first time.

“Thermionic Vacuum Arc” system displays superior features compared to other coating systems. The system is coated with plasma and there is no heat that can damage the substrates. Therefore, the ideal system for coating metals is “Thermionic Vacuum Arc” system.

In this study, X-ray diffraction (XRD) and Raman spectroscopy were used for structural investigation on coatings developed for friction problems. Atomic force microscopy (AFM) and contact angle measurements were performed to investigate surface properties. Abrasion tests were carried out to determine the friction values.

As a result of tests, the lowest friction value was observed on the aluminum substrate. Nickel substrates have constant friction value and the abrasion resistance of the substrates was increased. A stable friction value is obtained on stainless steel substrates and the abrasion resistance of the substrates was increased. In titanium substrates, friction values were decreased and abrasion resistance was increased.

**Key words:** Thermionic Vacuum Arc, solid lubricators, boron nitride, molybdenum disulfide

## TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmamda ve eğitim hayatım boyunca maddi manevi desteklerini esirgemeyen annem Seval MUSAOĞLU'na ve babam Ercan MUSAOĞLU'na en içten teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmamda ve yüksek lisans eğitimim boyunca yaklaşımları ve yardımlarından dolayı saygıdeğer danışmanım Prof. Dr. Suat PAT'a teşekkürlerimi sunmayı borç bilirim.

Tez çalışmamda yardımlarımı esirgemeyen Dr. Öğr. Gör. Soner ÖZEN'e, Reza MOHAMMADİGHAREHBAGH'a, Elif AKYILDIZ'a ve Ali ŞAHİN'e yardımlarından ve desteklerinden dolayı teşekkür ederim. Ayrıca sürtünme ölçümlerinde yardımcı olan Akın ÖZCAN'a da teşekkür ederim.

Tez çalışmam "2170457 no'lu TÜBİTAK 1512" projesi kapsamında gerçekleştirilmiştir.

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET .....	vi
SUMMARY .....	vii
TEŞEKKÜR .....	viii
İÇİNDEKİLER .....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	xiii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xvi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	xviii
<b>1. GİRİŞ VE AMAÇ</b> .....	<b>1</b>
<b>2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI</b> .....	<b>4</b>
2.1. Bor Nitrür .....	4
2.1.1. Bor nitrürün fiziksel özellikleri .....	5
2.1.2. Bor nitrürün kimyasal özellikleri .....	6
2.1.3. Bor nitrür kullanım alanları .....	7
2.2. Molibden Disülfid .....	7
2.2.1. Molibden disülfid fiziksel ve kimyasal özellikleri .....	9
2.2.2. Molibden disülfid kullanım alanları .....	9
<b>3. MATERYAL VE YÖNTEM</b> .....	<b>11</b>
3.1. Malzemelerin Üretim Tekniği .....	11
3.1.1. Kimyasal buhar biriktirme (CVD) .....	12
3.1.2. Termal buharlaştırma yöntemi .....	13
3.1.3. Elektron demetli buharlaştırma .....	14
3.1.4. Saçtırma tekniği .....	16
3.1.4.1. <u>Radyo frekanslı (RF) saçtırma tekniği</u> .....	17
3.1.4.2. <u>Doğru akım (DC) saçtırma tekniği</u> .....	18
3.1.4.3. <u>Radyo frekanslı (RF) magnetron saçtırma tekniği</u> .....	19
3.1.4.4. <u>Doğru akım (DC) magnetron saçtırma tekniği</u> .....	19

## İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
3.1.5. Moleküler demetli epitaksi tekniği.....	20
3.1.6. Termiyonik vakum ark tekniği.....	21
3.1.6.1. <u>Termiyonik vakum ark sisteminin bileşenleri</u> .....	23
3.1.6.2. <u>Termiyonik vakum ark sisteminin özellikleri</u> .....	29
3.1.6.3. <u>TVA sisteminde üretilen ince filmlerin özellikleri</u> .....	30
3.2. Uygulanan Testler.....	30
3.2.1. X ışını kristalografisi (XRD).....	30
3.2.2. Atomik kuvvet mikroskobu.....	32
3.2.3. RAMAN kayması analizi.....	35
3.2.4. Temas açısı.....	37
3.2.5. Aşınma testi.....	38
3.2.6. Sertlik testi.....	40
<b>4. BULGULAR VE TARTIŞMA</b> .....	<b>42</b>
4.1. Bor Nitrür İnce Filmlerin TVA Tekniği İle Üretilmesi .....	42
4.2. Bor Nitrür İnce Film Kaplamaların Test Sonuçları .....	43
4.2.1. Alüminyum üzerine bor nitrür ince filmlerin test sonuçları.....	43
4.2.1.1. <u>XRD analizi</u> .....	43
4.2.1.2. <u>RAMAN kayması analizi</u> .....	44
4.2.1.3. <u>AFM</u> .....	45
4.2.1.4. <u>Temas açısı analizi</u> .....	46
4.2.1.5. <u>Aşınma testi</u> .....	46
4.2.2. Nikel üzerine bor nitrür ince filmlerin test sonuçları .....	47
4.2.2.1. <u>XRD analizi</u> .....	47
4.2.2.2. <u>RAMAN kayması analizi</u> .....	48
4.2.2.3. <u>AFM</u> .....	49
4.2.2.4. <u>Temas açısı analizi</u> .....	50
4.2.2.5. <u>Aşınma testi</u> .....	50
4.2.3. Paslanmaz çelik üzerine bor nitrür ince filmlerin test sonuçları .....	51

## İÇİNDEKİLER (devam)

	<b><u>Sayfa</u></b>
4.2.3.1. <u>XRD analizi</u> .....	51
4.2.3.2. <u>RAMAN kayması analizi</u> .....	52
4.2.3.3. <u>AFM</u> .....	53
4.2.3.4. <u>Temas açısı analizi</u> .....	54
4.2.3.5. <u>Aşınma testi</u> .....	54
4.2.4. Titanyum üzerine bor nitrid ince filmlerin test sonuçları .....	55
4.2.4.1. <u>XRD analizi</u> .....	55
4.2.4.2. <u>RAMAN kayması analizi</u> .....	56
4.2.4.3. <u>AFM</u> .....	57
4.2.4.4. <u>Temas açısı analizi</u> .....	58
4.2.4.5. <u>Aşınma testi</u> .....	58
4.3. Molibden Disülfid İnce Filmlerin TVA Tekniği ile Üretilmesi .....	59
4.4. Molibden Disülfid İnce Film Kaplamaların Test Sonuçları .....	61
4.4.1. Alüminyum üzerine molibden disülfid ince filmlerin test sonuçları .....	61
4.4.1.1. <u>XRD analizi</u> .....	61
4.4.1.2. <u>RAMAN kayması analizi</u> .....	61
4.4.1.3. <u>AFM</u> .....	62
4.4.1.4. <u>Temas açısı analizi</u> .....	64
4.4.1.5. <u>Aşınma testi</u> .....	64
4.4.2. Nikel üzerine molibden disülfid ince filmlerin test sonuçları .....	65
4.4.2.1. <u>XRD analizi</u> .....	65
4.4.2.2. <u>RAMAN kayması analizi</u> .....	66
4.4.2.3. <u>AFM</u> .....	66
4.4.2.4. <u>Temas açısı analizi</u> .....	68
4.4.2.5. <u>Aşınma testi</u> .....	68
4.4.3. Paslanmaz çelik üzerine molibden disülfid ince filmlerin test sonuçları .....	69
4.4.3.1. <u>XRD analizi</u> .....	69
4.4.3.2. <u>RAMAN kayması analizi</u> .....	70
4.4.3.3. <u>AFM</u> .....	70

**İÇİNDEKİLER (devam)**

	<b><u>Sayfa</u></b>
4.4.3.4. <u>Temas açısı analizi</u> .....	72
4.4.3.5. <u>Aşınma testi</u> .....	72
4.4.4. Titanyum üzerine molibden disülfid ince filmlerin test sonuçları .....	73
4.4.4.1. <u>XRD analizi</u> .....	73
4.4.4.2. <u>RAMAN kayması analizi</u> .....	74
4.4.4.3. <u>AFM</u> .....	75
4.4.4.4. <u>Temas açısı analizi</u> .....	76
4.4.4.5. <u>Aşınma testi</u> .....	76
<b>5. SONUÇ VE ÖNERİLER</b> .....	<b>78</b>
<b>KAYNAKLAR DİZİNİ</b> .....	<b>87</b>

## ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
1.1. Sürtünme sorununun yaşandığı bazı sektörler.....	1
1.2. a)Piston görüntüsü. b)Rulman görüntüsü.....	3
2.1. a) Bor nitrürün katmanlı yapısı. b) Grafitin katmanlı yapısı. ....	5
2.2. a) MoS <sub>2</sub> ' nin yapısının üç boyutlu gösterimi. 6,5Å kalınlıkta tek tabakalar, bant bazlı mikromekanik bölünme bantı kullanılarak elde edilebilir. b) Dört soğurma bölgesi olan MoS <sub>2</sub> tek tabakasının optimize edilmiş yapıları: (1) içi boş site, (2) S atomunun üst bölgesi, (3) Mo – S köprü bölgesi ve (4) Mo atomunun üst bölgesi. ....	8
3.1. PVD yöntemi teknikleri.....	11
3.2. Kimyasal buhar biriktirme.....	12
3.3. Kimyasal buhar biriktirme (CVD) sisteminin basit şematik gösterimi. ....	12
3.4. CVD sisteminin prensip şeması.....	13
3.5. Termal buharlaştırma yöntemi.....	14
3.6. Elektron demetli buharlaştırma sisteminin şematik gösterimi. ....	15
3.7. Saçtırma tekniğinin şematik gösterimi. ....	16
3.8. Saçtırma tekniği ünitesi. ....	17
3.9. RF saçtırma sistemiyle film oluşumunun şematik gösterimi.....	18
3.10. DC saçtırma sistemi ile film oluşumunun şematik gösterimi. ....	18
3.11. RF magnetron saçtırma sistemiyle film oluşumunun şematik gösterimi. ....	19
3.12. Moleküler demetli epitaksi (MBE) düzeneğinin şekilsel bir gösterimi.....	20
3.13. TVA'nın şematik gösterimi. ....	22
3.14. Vakum odasının fotoğrafı.....	24
3.15. Doğrudan ısıtılan katot ile TVA' nın elektrotların düzenlenişi. ....	25
3.16. Wehnelt silindiri. ....	25
3.17. TVA sistemine özel güç kaynağı.....	26
3.18. a) Vakumlama için mekanik pompa b) Turbo moleküler pompa fotoğrafları ....	27
3.19. Akım ve voltaj ölçerlerin fotoğrafı. ....	28
3.20. TVA' da gaz haline geçen materyalin elektron bombardımanının devam etmesiyle plazma haline geçmesi. ....	29
3.21. X-ışını yansıma şeması.....	31
3.22. AFM cihazının görüntüsü.....	33
3.23. AFM cihazının çalışma modeli.....	33

## ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
3.24. RAMAN saçılması olayının ortaya çıkışının molekülün titreşim enerji düzeyleri ile ilişkisi. ....	36
3.25. Temas açısı ölçüm cihazı.....	37
3.26. Temas açısı yüzey özellikleri .....	38
3.27. Yüzeyin ıslatma karakteristikleri.....	38
3.28. Ball-on disk ölçüm cihazının şematik gösterimi .....	39
3.29. Ball-on disk ile ölçüm yapılmış numune .....	39
3.30. Vickers sertlik testi yöntemi .....	40
4.1. BN deney numuneleri.....	42
4.2. Bor nitrür ince filmlerin alüminyum altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları .....	44
4.3. Alüminyum üzerine bor nitrür kaplamanın, <b>a)</b> 2D görüntüsü <b>b)</b> 3D görüntüsü c) Histogram grafiği <b>d)</b> Yüzey karakterizasyonu .....	45
4.4. Bor nitrür ince filmlerin alüminyum altaş üzerine sürtünme grafiği.....	47
4.5. Bor nitrür ince filmlerin nikel altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları.....	48
4.6. Nikel üzerine bor nitrür kaplamanın, <b>a)</b> 2D görüntüsü <b>b)</b> 3D görüntüsü c) Histogram grafiği <b>d)</b> Yüzey karakterizasyonu .....	49
4.7. Bor nitrür ince filmlerin nikel altaş üzerine sürtünme grafiği.....	51
4.8. Bor nitrür ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları. 52	52
4.9. Paslanmaz çelik üzerine bor nitrür kaplamanın, <b>a)</b> 2D görüntüsü <b>b)</b> 3D görüntüsü c) Histogram grafiği <b>d)</b> Yüzey karakterizasyonu .....	53
4.10. Bor nitrür ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerine sürtünme grafiği. ....	55
4.11. Bor nitrür ince filmlerin titanyum altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları .....	56
4.12. Titanyum üzerine bor nitrür kaplamanın, <b>a)</b> 2D görüntüsü <b>b)</b> 3D görüntüsü c) Histogram grafiği <b>d)</b> Yüzey karakterizasyonu.....	57
4.13. Bor nitrür ince filmlerin titanyum altaş üzerine sürtünme grafiği.....	59
4.14. MoS <sub>2</sub> deney numuneleri .....	60
4.15. Molibden disülfid ince filmlerin alüminyum altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları.....	62
4.16. Alüminyum üzerine molibden disülfid kaplamanın, <b>a)</b> 2D görüntüsü <b>b)</b> 3D görüntüsü <b>c)</b> Histogram grafiği <b>d)</b> Yüzey karakterizasyonu .....	63
4.17. Molibden disülfid ince filmlerin alüminyum altaş üzerine sürtünme grafiği.....	65
4.18. Molibden disülfid ince filmlerin nikel altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları.....	66

## ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
4.19. Nikel üzerine molibden disülfid kaplamanın, <b>a)</b> 2D görüntüsü <b>b)</b> 3D görüntüsü c) Histogram grafiği <b>d)</b> Yüzey karakterizasyonu.....	67
4.20. Molibden disülfid ince filmlerin nikel altaş üzerine sürtünme grafiği.....	69
4.21. Molibden disülfid ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları.....	70
4.22. Paslanmaz çelik üzerine molibden disülfid kaplamanın, <b>a)</b> 2D görüntüsü <b>b)</b> 3D görüntüsü <b>c)</b> Histogram grafiği <b>d)</b> Yüzey karakterizasyonu .....	71
4.23. Molibden disülfid ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerine sürtünme grafiği. ....	73
4.24. Molibden disülfid ince filmlerin titanyum altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları.....	74
4.25. Titanyum üzerine molibden disülfid kaplamanın, <b>a)</b> 2D görüntüsü <b>b)</b> 3D görüntüsü c) Histogram grafiği <b>d)</b> Yüzey karakterizasyonu.....	75
4.26. Molibden disülfid ince filmlerin titanyum altaş üzerine sürtünme grafiği.....	77

## ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Cizelge</u>	<u>Sayfa</u>
1.1. Çeşitli sektörlerden ve endüstrilerden kaynaklanan sürtünme ve aşınma kayıpları. ....	2
2.1. Hekzagonal bor nitrürün fiziksel özellikleri .....	6
2.2. Hekzagonal bor nitrürün bazı özellikleri. ....	6
2.3. BN' nin kullanım alanları. ....	7
2.4. MoS <sub>2</sub> ' in fiziksel ve kimyasal özellikleri. ....	9
3.1. Sertlik testi sonuçları. ....	41
4.1 BN deney parametreleri.....	43
4.2. Bor nitrür ince filmlerin alüminyum altaş üzerine XRD çizelgesi .....	44
4.3. Bor nitrür ince filmlerin alüminyum altaş üzerine temas açısı sonuçları .....	46
4.4. Bor nitrür ince filmlerin alüminyum altaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları. ....	46
4.5. Bor nitrür ince filmlerin nikel altaş üzerine XRD çizelgesi .....	48
4.6. Bor nitrür ince filmlerin nikel altaş üzerine temas açısı sonuçları .....	50
4.7 Bor nitrür ince filmlerin nikel altaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları .....	50
4.8. Bor nitrür ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerine XRD çizelgesi. ....	52
4.9. Bor nitrür ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerine temas açısı sonuçları .....	54
4.10. Bor nitrür ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları .....	54
4.11. Bor nitrür ince filmlerin titanyum altaş üzerine XRD çizelgesi .....	56
4.12. Bor nitrür ince filmlerin titanyum altaş üzerine temas açısı sonuçları. ....	58
4.13. Bor nitrür ince filmlerin titanyum altaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları ...	58
4.14. Termiyonik vakum ark sistemi ile gerçekleştirilen molibden disülfid ince film kaplamanın deney parametreleri .....	60
4.15. Molibden disülfid ince filmlerin alüminyum altaş üzerine XRD çizelgesi.....	61
4.16. Molibden disülfid ince filmlerin alüminyum altaş üzerine temas açısı sonuçları .....	64
4.17. Molibden disülfid ince filmlerin alüminyum altaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçlar .....	64
4.18. Molibden disülfid ince filmlerin nikel altaş üzerine XRD çizelgesi. ....	65
4.19. Molibden disülfid ince filmlerin nikel altaş üzerine temas açısı sonuçları .....	68
4.20. Molibden disülfid ince filmlerin nikel altaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları .....	68
4.21. Molibden disülfid ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerine XRD çizelgesi .....	69
4.22. Molibden disülfid ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerine temas açısı sonuçlar	72

**ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)**

<b><u>Çizelge</u></b>	<b><u>Sayfa</u></b>
<b>4.23.</b> Molibden disülfid ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları.....	72
<b>4.24.</b> Molibden disülfid ince filmlerin titanyum altaş üzerine XRD çizelgesi.....	74
<b>4.25.</b> Molibden disülfid ince filmlerin titanyum altaş üzerine Temas açısı sonuçları.....	76
<b>4.26.</b> Molibden disülfid ince filmlerin titanyum altaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları.....	76



## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

### Simgeler

A	Amper
Å	Angström
$\lambda$	Dalgaboyu
E	Elektrik alan
q	Elektrik yükü
v	Elektrik yükünün hızı
eV	Elektron volt
$n_0$	Elektron yoğunluğu
$m_e$	Elektronların kütlesi
$\sigma$	İletkenlik
$N_c$	İletkenlik bandındaki durumların yoğunluğu
K	Kelvin
$\mu\text{m}$	Mikrometre
h	Planck sabiti
$\pi$	Pi sayısı
°C	Santigrat derece
HV	Vicker sertliği
$\theta$	XRD’de gelen ışın ile yansıtıcı düzlem arasındaki açı
d	XRD’de paralel düzlemler arasındaki mesafe

### Kısaltmalar

### Açıklama

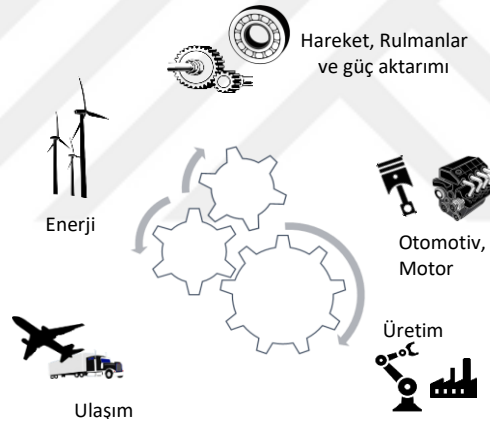
AC	Alternatif akım
Al	Alüminyum
AFM	Atomik kuvvet mikroskobu
N	Azot
B	Bor
BN	Bor Nitrür
VLS	Buhar-sıvı-katı
Ssk	Çarpıklık
DC	Doğru akım

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ (devam)

<b><u>Kısaltmalar</u></b>	<b><u>Açıklama</u></b>
ESOGÜ	Eskişehir Osmangazi Üniversitesi
PVD	Fiziksel buhar biriktirme
g	Gram
h-BN	Hegzagonal bor nitrür
2D	İki boyutlu
C	Karbon
CVD	Kimyasal buhar biriktirme
Skr	Kurtosis
c-BN	Kübik bor nitrür
µm	Mikrometre
MBE	Moleküler ışın epitaksi
UV/VIS	Morötesi/Görünür
Mo	Molibden
MoS <sub>2</sub>	Molibden Disülfid
nm	Nanometre
Ni	Nikel
RMS	Ortalama karekök yüzey pürüzlülüğü
Ra	Ortalama yüzey pürüzlülüğü
RF	Radyo frekans
sn	Saniye
cm	Santimetre
Si	Silisyum
S	Kükürt
TVA	Termiyonik vakum ark
Ti	Titanyum
3D	Üç boyutlu
vb	ve benzeri
vd	ve diğerleri
w-BN	Wurtzit bor nitrür
XRD	X- Işını kırınımı

## 1. GİRİŞ VE AMAÇ

İki yüzey temas halindeyken meydana gelen sürtünme, dünya çapında üretilen tüm enerjinin dörtte birine yakındır. Ulaşım, endüstri, elektrik üretimi veya konut sektöründe (ev aletleri) olsun, sürtünme her yerdedir ve dünyanın toplam enerji tüketiminin %25'ini temsil etmektedir. Şekil 1.1'de sürtünmeden dolayı enerji kaybı yaşayan bazı sektörler şematize edilmiştir. Yıllık ortalama 1,8 milyar Avro ve 7000 ton CO<sub>2</sub> harcanan maliyet ile sürtünme, çevre ve ekonomi için büyük bir maliyet kaynağıdır. Ayrıca, yılda 680 milyon Avro'dan fazla olduğu tahmin edilen ürün ve bileşenlerin yıpranması ve bunların değiştirilmesi nedeniyle büyük bir ekonomik yükü temsil etmektedir.



**Şekil 0.1.** Sürtünme sorununun yaşandığı bazı sektörler

Sürtünme kuvveti cisimler dururken de hareket ederken de etkilidir. Cisim dururken oluşan sürtünme kuvvetine statik, hareket ederken oluşan sürtünme kuvvetine, kinetik sürtünme kuvveti denir. Sürtünmeyi basitçe harekete karşı durdurma kuvveti olarak anlatabiliriz. Sürtünmenin istenmeyen etkilerini en aza indirmek, daha verimli enerjili bir ekonomi için büyük bir değer olacaktır. Ayrıca, dayanıklılık ve sürdürülebilirlik için sürtünme ve aşınma kayıplarını ele almak, yeni teknolojiler geliştirmek konusunda artan bir ihtiyaç vardır. Bu ihtiyacın nedeni daha dayanıklı ve maliyeti düşük ürünler üretebilmektir.

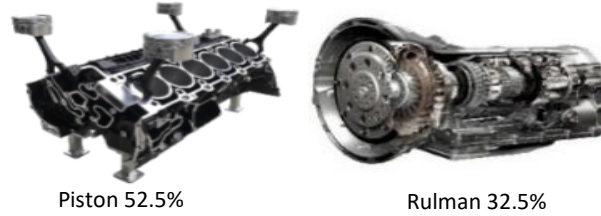
Aşınma sorununu gidermek için malzemelerde, sürtünme kuvvetini azaltan nano yapıda kaplamaları (ince filmler) geliştirilmiştir. Nano boyutlu ince film Bor Nitrür (BN) ve Molibden Disülfid ( $MoS_2$ ), hareketli parçalarda parçalar arasında oluşan sürtünme ve aşınmayı azaltmaktadır. Kaplama ile önemli ekonomik ve çevresel tasarruflara yol açacak %30' a kadar sürtünme de azaltma sağlanabilir.

İki cismin göreceli hareketine dayanan sürtünme her yerdedir (ulaşım, endüstriyel, imalat, elektrik üretimi, konut ekipmanları) ve büyük bir enerji tüketicisidir. Taşımacılıkta, en büyük enerji kullananlardan biri olarak (dünyanın enerji üretiminin %27' si ve küresel  $CO_2$  emisyonunun %23' ü), sürtünmeyle boşa harcanan enerjinin %30' u temsil etmektedir. Ulaştırma sektöründe, yıllık 145 milyon Avro' dan fazla tasarruf ve  $CO_2$  emisyon azalımı sağlayabileceği tahmin edilmektedir. Çizelge 1.1.' de çeşitli sektörlere göre enerji ve sürtünme payları gösterilmiştir (Holmberg ve Erdemir, 2017).

**Çizelge 0.1.** Çeşitli sektörlerden ve endüstrilerden kaynaklanan sürtünme ve aşınma kayıpları.

	<b>Toplam</b>	<b>Sürtünme</b>				<b>Aşınma</b>	
<b>Parametre</b>	<b>Enerji</b>	<b>Pay</b>	<b>Enerji</b>	<b>Maliyet</b>	<b>Emisyon</b>	<b>% Sürtünme Maliyeti</b>	<b>Maliyet</b>
<b>Birim</b>	<b>EkzaJoule</b>	<b>%</b>	<b>EkzaJoule</b>	<b>Milyon€</b>	<b>MtCO<sub>2</sub></b>	<b>%</b>	<b>Milyon€</b>
<b>Taşımacılık</b>	110	30%	330	594	2 254	22%	130.7
<b>Sanayi</b>	116	20%	232	417.6	1 585	35%	146.2
<b>Enerji Sanayisi</b>	167	20%	334	601.2	2 281	53%	318.7
<b>Yerleşim</b>	135	10%	135	243	922	35%	0.85
<b>Toplam</b>	528		1 031	18 555.8	7 042		680.5

Otomobil satın alanlar, çevreye az zarar veren, düşük yakıt tüketimi olan ve daha fazla performans sergileyen otomobiller istemektedirler. Kanada 2018 Yakıt Tüketim Rehberi verilerine göre Şekil 1.2.'de gösterilen otomobillerde, güç aktarma ünitelerinde oluşan mekanik sürtünmeyi (%8) önlemek için yılda ortalama 169 litre yakıt tüketilmektedir. Tüketilen yakıtın %32,5' i rulmanlardan, %59,5' i pistonlardan kaynaklanmaktadır.



**Şekil 0.2.** a) Piston görüntüsü. b) Rulman görüntüsü.

Tez çalışmasında sürtünme ve aşınmayı azaltmak için, Termiyonik Vakum Ark (TVA) sistemiyle, nano-boyutlu ince film bor nitrür, molibden disülfid kullanılarak bir kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Kaplama işlemi için sanayide en çok kullanılan titanyum, alüminyum, paslanmaz çelik ve nikel metalleri kullanılarak bu tez çalışması gerçekleştirilmiştir.

Dünyada nano ve mikron boyutta ince film (kaplama) üretimi işlemi için birçok farklı teknik ve yöntem mevcuttur. En yaygın olanları termal buharlaştırma tekniği, elektron demeti buharlaştırma tekniği, kimyasal buhar biriktirme tekniği (CVD), plazma tabanlı saçırma teknikleri (RF, DC, Magnetron), moleküler ışın epitaksi tekniği (MBE)' dir.

Termiyonik Vakum Ark yönteminin diğer yöntemlerden ayıran özelliklerinden biri, plazmayı başlatmak için bir elektron tabancası ve bir yüksek voltaj kaynağı kullanılmasıdır. Elektron tabancasında üretilen elektronları bir anot yüzeyine odaklamak için bir Wehnelt silindiri kullanılır ve inert gazın olmaması daha iyi kaplama saflığı sağlar (>> %99,9). TVA ayrıca herhangi bir alttaş (kaplanacak malzeme) sınırlamasına sahip değildir.

## 2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

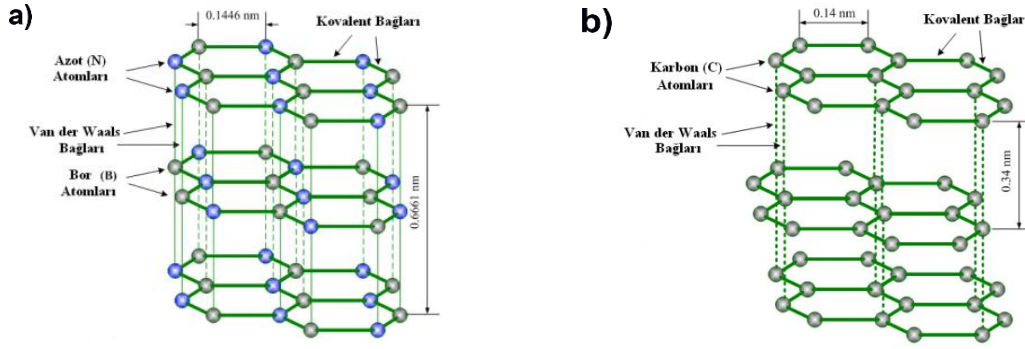
### 2.1. Bor Nitrür

19. yüzyılın başlarında elde edilmiştir. Bor nitrür 20.yüzyılın ikinci yarısından sonra ticari olarak üretilmeye ve kullanılmaya başlanmıştır (ETİ, 2003).

Bor nitrür, birçok özelliğe sahiptir. Bu özellikler taşıdığı yüksek ısıl şok direnci, ısıl iletkenlik, elektriksel yalıtkanlık, kimyasal kararlılık ve yağlayıcılık gibi olup sentetik bir malzemedir. Bor nitrür sahip olduğu özelliklerinden dolayı birçok alanda kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklık uygulamalarında, seramik, elektrik-elektronik endüstrisinde, kompozit yapımında ve şekillendirilmiş kütleler, kimya endüstrisinde toz, sprey ve macun biçimlerinde kullanılmaktadır.

Bor ve azot atomlarından oluşan bor nitrür, BN simgesi ile gösterilmektedir. Bor nitrür kimyasal metotlarla üretilen bir bileşiktir. Bor nitrür genellikle, bor oksit, karbon ve azot' un 1450-1600 °C' de kimyasal reaksiyona sokulmasıyla elde edilmektedir (ETİ, 2003).

Hegzagonal bor nitrürde, bor ve azot atomları arasında kuvvetli kovalent, tabaklar arasında ise zayıf Wan der Waals bağları vardır. Hava ortamında 1000 °C' ye, asal gaz ortamında 2800 °C' ye kadar kararlılığını koruyabilen h-BN seramik malzemeler içinde en düşük yoğunluklu olanıdır (2,27 g/cm<sup>3</sup>). Yüksek sıcaklıklara dayanıklı oluşu, oksidasyon direncinin yüksekliği ve ıslanmazlık gibi özelliklerinden dolayı refrakter malzeme olarak kullanılmaktadır. Diğer bir kullanım alanı ise yağlayıcı özelliği ve yüksek sıcaklıkta kararlılığı nedeniyle yüksek sıcaklıkta yağlama uygulamalarıdır (ETİ, 2003).



Şekil 0.1. a) Bor nitrürün katmanlı yapısı. b) Grafitin katmanlı yapısı.

Şekil 2.1'de de gösterildiği gibi BN'in katmanlı yapısı grafitin katmanlı yapısına benzemektedir. (Muhammed, 2016). Kristal birimini belirtilerek hegzagonal bor nitrür (h-BN) grafit benzeri bor nitrür olarak adlandırılmaktadır (Balmain, 1842). Grafit fiziksel olarak siyah renkte olmasına rağmen h-BN beyaz renklidir ve bu yüzden beyaz grafit olarakta bilinmektedir.(Haubner vd., 2003).

### 2.1.1. Bor Nitrürün fiziksel özellikleri

Bor Nitrür (BN) görünüm olarak alüminyuma benzeyen, zehirsiz, kaygan bir malzemedir. Seramik malzemeler içinde en düşük yoğunluğa sahip bir bileşiktir ve dokununca ipeksi dokunuş hissettirir. BN inert bir malzemedir, asidik ve bazik ortamda kimyasal tepkimeye girmez (Muhammed, 2016; Haubner vd., 2003). Hegzagonal BN (h-BN)'den üretilenler kolay işlenebilir ve yüksek sıcaklıklara dayanıklıdır. Isıl şoklara karşı kararlı oluşunun yanı sıra mükemmel elektriksel yalıtkanlığa, bakır kadar iyi ısı iletkenliğe ve UV ışınları yansıtma özelliği bulunmaktadır. Bunun yanında mükemmel yağlayıcılık özelliğine de sahiptir (Haubner vd., 2003). h-BN boyalarda, hareketli parçaların kayan bölümlerinde, sürekli dönen türbin şaftlarında sürtünmeyi azaltmak için kullanılmaktadır (Haubner vd., 2003; Pierson 1975; Bello vd., 2005; Mirkarimi, McCarty, ve Medlin, 1997). Hegzagonal bor nitrürün özellikleri Çizelge 2.1.' de gösterilmiştir.

**Çizelge 0.1.** Hekzagonal bor nitrürün fiziksel özellikleri

Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	2,27
Termal iletkenlik, 25 °C (W cm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	0,274
Dielektrik sabiti	4.2
Erime Sıcaklığı (°C)	2700
Oksitlenme sıcaklığı (°C)	980
Latis Sabiti (Å)	a=b=2,504
B-N arası mesafe (Å)	1,446

**2.1.2. Bor Nitrürün kimyasal özellikleri**

Bor nitrürün bazı fiziksel, kimyasal ve elektriksel özellikleri Çizelge 2.2.' de verilmiştir (ETİ 2003).

**Çizelge 0.2.** Hekzagonal bor nitrürün bazı özellikleri.

ÖZELLİKLER	BN
Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )	2,27
Erime Noktası	>3000 °C (azot ortamında) 2730 °C
Elektrik direnci (ohm-cm)	1,7x10 <sup>13</sup> (25 °C) 3,1x10 <sup>4</sup> (1000 °C)
Dielektrik katsayısı	4,15
Termal genleşme katsayısı	0,7 (⊥) 7,5 (//)
Çalışma sıcaklığı (°C)	
Havada	1000
Azot ortamında	3000
Klor ortamında	700

### 2.1.3. Bor Nitrür kullanım alanları

Bor Nitrürün kullanım alanları çok çeşitlidir. Yüksek sıcaklık çalışma dayanımı, ısı iletkenliği, elektriksel özellikleri, kimyasal direnci, yağlayıcılık özelliği, işlenebilirliği gibi birçok özellikleri ile BN farklı sektörlerde kullanılabilir (Çelik, 2010). Çizelge 2.3'te BN'in hangi özelliğinin hangi işlemde gerekli olduğu tablo edilmiştir.

**Çizelge 0.3.** BN' nin kullanım alanları.

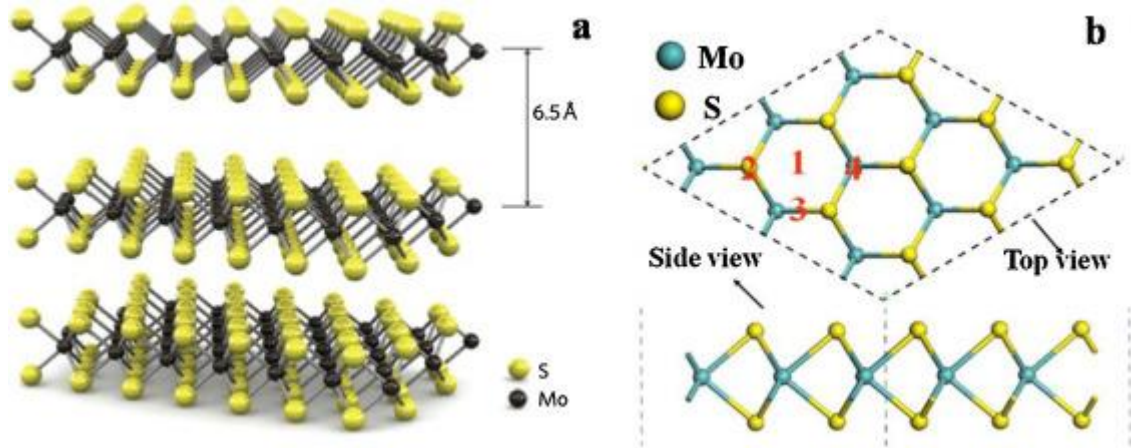
Kullanım Alanları	İstenen Özellikler*					
	R	T	E	K	Y	İ
Yüksek sıcaklıkta çalışan makine parçaları için katı yağlayıcı	+					
Cam ve metal kalıpları için yağlayıcı	+			+	+	
Aktif dolgu malzemesi, bağlayıcı ve plastikleştirici	+	+	+	+	+	
Yüksek sıcaklık gresleri ve yağ katkısı				+	+	
Yüksek basınçları iletici ilave	+			+	+	
Metal üzerine kaplama ve buharlaştırıcı ünite	+			+		
Grafit sıcak pres kalıplarında kaplama	+			+	+	
Isıtıcı elemanlarda yalıtkan ortam	+		+	+		
Metal ve cam eritiş krozesi	+	+		+		+
Sürekli kalıplamada durdurma halka elemanı	+			+	+	+
Yüksek sıcaklık elektrik fırınları	+	+	+	+		+
Magnetohidrokinamik aletlerde yapısal ünite	+		+	+		+
Yüksek ve düşük frekans cihazlarında yalıtkan	+		+			+
Plazma jet fırınları, iyon motorlarında yalıtkan	+		+			+
Numune tutucu, kalıp altlığı, ısı elemanları ve transistör devre		+	+			+
Isıl çiftleri için koruyucu tüp ve yalıtkan eleman	+	+	+	+		+
Otomatik kalıplama elemanlarında koruyucu ekipman	+		+	+		+
Yarı iletkenler için bor	+					+
B <sub>6</sub> O veya B <sub>6,6</sub> C gibi seramiklerde sıcak preslemede kalıp	+	+		+	+	+
Nükleer reaktörlerde nötron absorblayıcı	+	+		+		+

R; Yüksek sıcaklık refrakterliği, T; Isıl iletkenlik, E; Elektriksel özellik, K; Kimyasal direnç, ısılatmama, Y; Yağlayıcılık, İ; İşlenebilirlik (Çelik, 2010).

### 2.2. Molibden Disülfid

Molibden Disülfid (MoS<sub>2</sub>), endüstrideki uygulamaları hem dökme hem de dağılmış formlarında bulunan doğal olarak oluşan katmanlı bir katıdır. Grafit içindeki grafen katmanlarına benzer şekilde, S-Mo-S katmanları, altıgen paketlenmiş yapılarıdaki zayıf Van der Waals etkileşimleri ile bir araya getirilir. Bu katmanlar birbirlerine göre kolayca hareket edebilir ve MoS<sub>2</sub>'yi yaygın olarak kullanılan bir katı yağlayıcı yapar.

Benzersiz elektronik özelliklere yol açan metal merkezli d-d geçişinin geniş bant kenarı uyarılması nedeniyle, hidrojen depolama, elastik ve kaplama malzemeleri gibi sayısız uygulamada kullanılır (He ve Que, 2016). MoS<sub>2</sub> yapısının üç boyutlu gösterimi ve tek tabakasının optimize edilmiş yapıları Şekil 2.2' de verilmiştir (Radisavljevic vd., 2011).



**Şekil 0.2. a)** MoS<sub>2</sub>' nin yapısının üç boyutlu gösterimi. 6,5Å kalınlıkta tek tabakalar, bant bazlı mikromekanik bölünme bantı kullanılarak elde edilebilir. **b)** Dört soğurma bölgesi olan MoS<sub>2</sub> tek tabakasının optimize edilmiş yapıları: (1) içi boş site, (2) S atomunun üst bölgesi, (3) Mo – S köprü bölgesi ve (4) Mo atomunun üst bölgesi.

MoS<sub>2</sub> bir geçiş bileşeni olarak sınıflandırılır. Molibden için temel cevher olan mineral molibdenit olarak ortaya çıkan gümüş rengi siyah bir katıdır (Sebenik vd., 2000). MoS<sub>2</sub> reaktif değildir. Seyreltik asit ve oksijenden etkilenmez.

Görünüş ve his olarak, molibden disülfid grafitte benzer. Düşük sürtünme ve sağlamlık nedeniyle yaygın olarak katı bir yağlayıcı olarak kullanılır. Katı MoS<sub>2</sub>, 1,23 eV bant aralığına sahip, silisyuma benzer, indirekt bir bant aralığı yarı iletkenidir (Kobayashi ve Yamauchi, 1995). Molibden disülfitteki ince, saydam tabakalar birbiri üzerinde kolayca kayabilmelerini sağlayan sınırlı bir etkileşime sahiptir. Molibden disülfid toz halde 400 °C'ye kadarki sıcaklıklara dayanabilen bir katı yağlayıcıdır. Katı halde bulunan molibden disülfitin erime noktası 1185 °C' de ve toz halinde kıyasla daha yüksektir (Valsler, 2017).

### 2.2.1. Molibden disülfid fiziksel ve kimyasal özellikleri

Molibden disülfid kimyasal formülü  $\text{MoS}_2$  ve  $5,06 \text{ g/cm}^3$  yoğunluğa sahiptir.  $\text{MoS}_2$ 'nin diğer fiziksel ve kimyasal özellikleri Çizelge 2.4' de verilmiştir (PubChem, 2019).

**Çizelge 0.4.**  $\text{MoS}_2$ ' in fiziksel ve kimyasal özellikleri.

Özellikleri	
Kimyasal Formül	$\text{MoS}_2$
Molar kütle	160,07 g/mol
Görünüm	Siyah / kurşun-gri katı
Yoğunluk	$5,06 \text{ g/cm}^3$
Erime noktası	1180 °C
Sudaki çözünürlük	Çözmez
Çözünürlük	Sıcak sülfürik asit, seyreltik asitlerde çözünmeyen nitrik asit ile ayrışır
Bant aralığı	1,23 eV ila 1,8 eV aralığındadır

### 2.2.2. Molibden disülfid kullanım alanları

Molibden disülfid, genellikle düşük sürtünme çözümlerinde kullanılan karışımların ve kompozitlerin bir bileşeni olarak tercih edilmektedir. Sürtünmeyi azaltmak için çeşitli yağlar ve gresler kullanılabilir, bu çözümlerden molibden disülfitli çözüm kullanıldığı takdirde tamamen yağ kaybı durumlarında bile yağlama özelliğini korurlar, böylece uçak motorları gibi kritik uygulamalarda kullanım sağlarlar.  $\text{MoS}_2$  sıklıkla iki aşamalı motorlarda kullanılır (motosiklet vb.). Plastiklere eklendiğinde,  $\text{MoS}_2$  azaltılmış sürtünmenin yanı sıra, geliştirilmiş mukavemete sahip bir kompozit oluşturur.  $\text{MoS}_2$  ile doldurulmuş olan polimerler arasında naylon ve teflon da bulunur.

Ayrıca MoS<sub>2</sub> kaplamalar, mermilerin tüfek namlusu içinden daha kolay geçişini sağlar ve daha az namlu tıkanmasına neden olur ve namlunun balistik doğruluğunu çok daha uzun süre korumasını sağlar. MoS<sub>2</sub> malzemeleri düşük sürtünme katsayısına, yüksek sertlik değerine ve düşük toksisiteye sahiptir.

MoS<sub>2</sub> ayrıca kayak takımlarının kayma özelliğini etkileyen kayak mumlarında kullanılması ile kuru kar koşullarında statik birikmeyi önlemek ve kirli kar koşullarında ise kayma özelliğini arttırmak için kullanılır.

Molibden disülfid (Mo<sub>x</sub>S<sub>y</sub>) katmanları, elektro-hidrostatik aktüatör (Zhao vd., 2016), foto dedektör (Guo vd., 2017), lityum iyon piller (Feng vd., 2009), transistörler (Radisavljevic vd., 2011), süper kapasitörlerde (Pujari vd., 2017) yaygın olarak kullanılır.

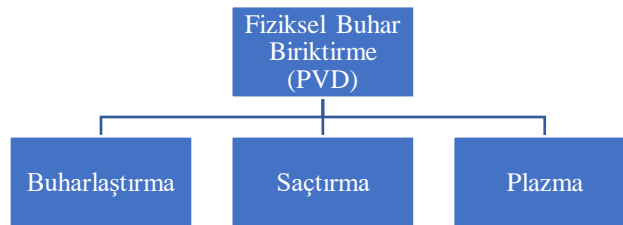
MoS<sub>2</sub> ince filmleri iki boyutlu (2D) malzemeler olarak benzersiz fiziksel özelliklere sahiptir. Genel olarak, 2D malzemeler zayıf Van der Waals etkileşimlerine sahiptir, yüksek termal mukavemet, esnek elektronik ve tek foto dedektör olarak kullanılabilirler (Novoselov vd., 2016; Lin vd., 2016; Hempel vd., 2012).

### 3. MATERYAL VE YÖNTEM

#### 3.1. Malzemelerin Üretim Tekniđi

Kaplama, bir malzemenin çeşitli işlemler ile bir yüzeye yapıştırılma işlemidir. (Keleşođlu, 2011). Kaplama işlemi ile kaplanan malzemeye istenilen özellikler kazandırılabilir veya kaplama ile o malzemenin performansı artırılabilir.

Kaplama teknikleri iki ana başlık altında incelenebilir. Bu teknikler fiziksel buhar biriktirme (PVD) ve kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemleridir. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yönteminde kaplama malzemesi buharlaştırma veya saçtırma teknikleri ile kaplama yapılacak alttaş malzemesinin yüzeyine ince film olarak kaplanır. Kimyasal buhar biriktirme (CVD) yönteminde ise kaplama malzemesi alttaş malzemesiyle kaplanırken kimyasal reaksiyon oluşarak kaplama gerçekleşir. TVA haricindeki fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemlerinde gaza ihtiyaç vardır ve yüksek basınç altında gerçekleştiđi için kaplamada safsızlık atomları yoktur. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yönteminde temel olarak üç teknik bulunmaktadır; buharlaştırma, saçtırma ve plazma ile kaplamadır. PVD yönteminin üç tekniđi Şekil 3.1.' de gösterilmiştir.

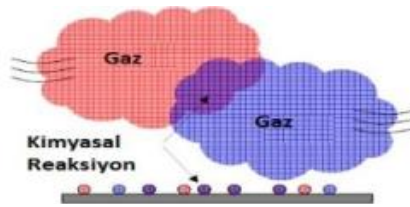


Şekil 0.1. PVD yöntemi teknikleri.

İnce film kaplama teknikleri; termal buharlaştırma, kimyasal buhar biriktirme (CVD), elektron demetli buharlaştırma, RF ve DC saçtırma, RF ve DC magnetron saçtırma, moleküler demetli epitaksi (MBE), termiyonik vakum ark (TVA) dir.

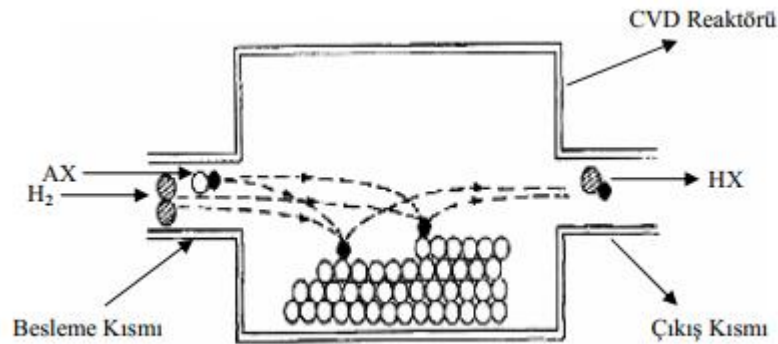
### 3.1.1. Kimyasal buhar biriktirme (CVD)

Kapalı bir ortam içerisinde basıncın istenilen değere ulaştığı, buhar fazının kimyasal reaksiyonları sonucu katı olarak malzeme yüzeyinin kaplanması işlemine kimyasal buhar biriktirme (CVD) denir (Ağar, 2017). Şekil 3.2’de CVD tekniğinin basitçe gösterimi verilmiştir. İki gaz bir alttaş üzerinde tepkimeye girer ve bu tepkime sonucu oluşan bileşik alttaş üzerinde biriktirilir.



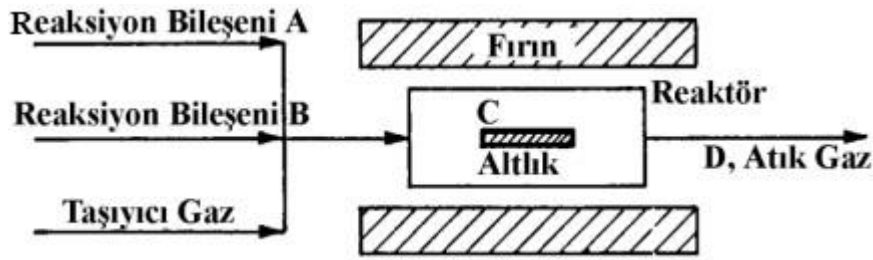
Şekil 0.2. Kimyasal buhar biriktirme.

CVD sistemi başlıca buhar haldeki reaksiyon bileşenlerini besleyen kısım, CVD reaktörü (tabanı ısıtıcı sistem) ve çıkış (egzoz) gazlarını atan kısmından oluşmaktadır (Pierson, 1992; Bunshah, 2001; Geçkinli, 1991). Şekil 3.3.’de CVD reaktörü içinde besleme kısımandan AX gazı ile H<sub>2</sub> gaz girişinin ve alttaş üzerinde tepkime oluşmasının ardından çıkış kısmından HX gazının çıkışı şematize edilmiştir.



Şekil 0.3. Kimyasal buhar biriktirme (CVD) sisteminin basit şematik gösterimi.

Şekil 3.4’te CVD yönteminde, CVD reaktörü ya da bir diğer deyiş ile fırın içine alttaş üzerinde kaplama olarak kullanılacak bileşiği oluşturan A ve B gazları ile birlikte taşıyıcı gazın giriş gösterilmektedir. A ve B gazları altlık üzerinde tepkimeye girerek C bileşiğini ve D atığını oluşturmaktadır.



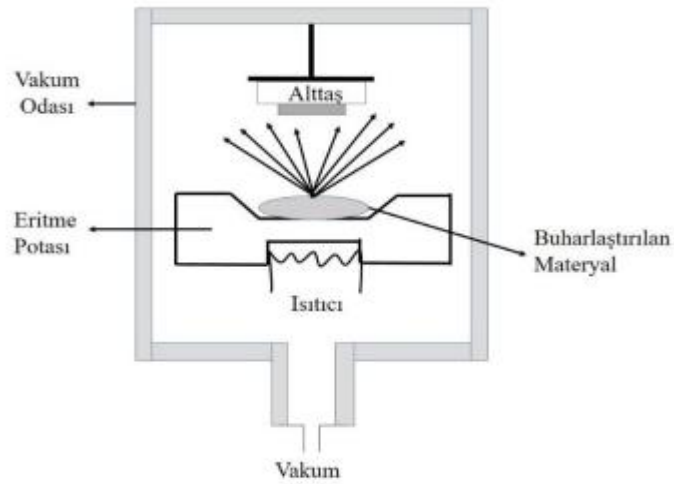
**Şekil 0.4.** CVD sisteminin prensip şeması, reaksiyon:  $A + B \rightarrow C + D$ .

Kimyasal reaksiyonların meydana gelmesi için ortama gönderilen taşıyıcı gaz daha sonra sistemden atık gaz olarak çıkar. Bu durum CVD yönteminin dezavantajlarından biridir. Diğer dezavantajlarından biride alttaş malzemesinin yüksek ısıya karşı dayanıklı olması gerekmektedir. Yüksek ısıya karşı dayanıksız olan alttaş yüzeyinde kaplama oluşmaz (Alttaş malzemesinin sıcaklığı 600 °C ve üzeri sıcaklıklardaki için kullanılabilir). Kaplama esnasında kullanılan taşıyıcı gazlar tehlikeli ve zehirli olabilir. Reaksiyon bitiminde oluşan istenmeyen bazı bileşenler alttaşa etki edebilmektedir (Geçkinli, 1991; Pierson, 1992). Sistemin prensip şeması Şekil 3.4'de (Keleşoğlu, 2011) gösterilmiştir.

CVD yönteminin avantajlarının başında alttaş ile uyumlu olmasından dolayı kaplama karmaşık şekilli parçalara uygulanabilir. Çok yüksek saflıkta kaplama oluşturmaya imkân vermesi ve yüksek depolama oranı bazı durumlarda santimetre kalınlığında olabilir. Yüksek vakuma diğer tekniklere göre ihtiyaç duyulmamaktadır (Pierson, 1992; Bunshah, 2001).

### 3.1.2. Termal buharlaştırma yöntemi

İnce film kaplama yöntemlerinden biri olan termal buharlaştırma yöntemi, yüksek vakum altında elektrik akımı ile ısıtılan metal kaplama malzemesinin buharlaştırılması ile gerçekleştirilen kaplama yöntemidir (Tarımcı ve Sarı, 2006). Şekil 3.5'te (Ağar, 2017) termal buharlaştırma yöntemi gösterilmiştir. Şekilde görülen vakum odasında gerçekleşen işlemden önce eritme potası ince bulunan materyal ısıtıcı ile ısıtılır ve buharlaşan materyal alttaş üzerinde biriktirilir.



**Şekil 0.5.** Termal buharlaştırma yöntemi.

Termal buharlaştırma yöntemine örnek olarak yarıiletken malzemelerin metal kontaklarının yapılması, yüzey metal kaplama işlemleri verilebilir (Tarımcı ve Sarı, 2006).

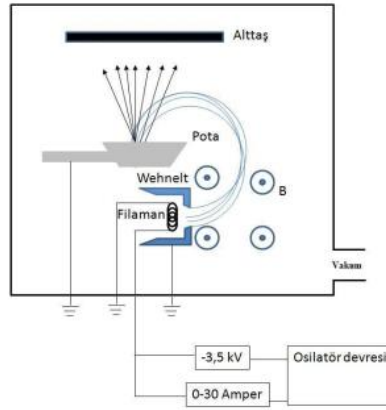
Termal buharlaştırma yöntemi kullanılırken buharlaştırılacak malzeme bir potanın içine yerleştirilir. Bu pota erime sıcaklığı yüksek olan metalden yapılmış tungsten gibi malzemedir. Termal ısıtıcı ile ısıtılan potadan malzeme buharlaşarak alttaşı malzemesi üzerine kaplaması gerçekleşir (Tarımcı ve Sarı, 2006).

Bu yöntemin bazı dezavantajları bulunmaktadır. En önemli dezavantajı ısının meydana gelmesidir. Oluşan bu ısı alttaşı malzemesinin de ısınmasına sebep olabilir ve alttaşı malzemesi ısıya dayanıklı olmayan bir malzeme ise kaplama sonucunda alttaşı erime veya plastik deformasyon meydana gelebilir. (Balbağ, 2009).

### 3.1.3. Elektron demetli buharlaştırma

Elektron demeti buharlaştırma tekniğinde kaplama malzemesi direk olarak ısıtılarak kaplama gerçekleştirilir ve bu özelliğinden dolayı termal buharlaştırma yönteminden farklıdır.

Elektronların odaklanması kolaylıkla yapılabilir ve pota yüksek erime noktali metalden yapılmıştır (Balbağ, 2009). Potanın içine yerleştirilen malzeme, potanın elektron kaynağı ile yüksek enerjili elektronların bir filaman aracılığı ile malzeme ısıtılarak buharlaştırılır. Bu yöntemin avantajlarından biri yüksek enerjili elektronlar manyetik alan ile yönlendirilebilir (Balbağ, 2009). Bu yönlendirme işlemi Şekil 3.6'da gösterilmiştir (Özkan, 2010).



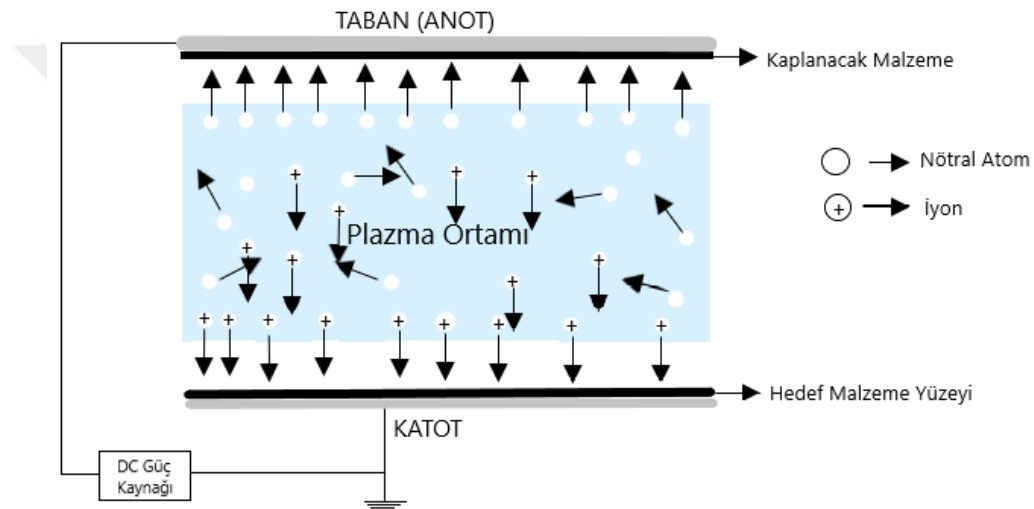
**Şekil 0.6.** Elektron demetli buharlaştırma sisteminin şematik gösterimi.

Elektron demetli buharlaştırma sisteminde termal ısıtıcılar kullanılarak yapılanlara göre malzemeyi ısıtmak için etkili enerji transferi gerçekleştirilir. Potada kullanılan malzemenin işlemde buharlaşmasını önlemek için potayı Su ile soğutup kaplamadaki safsızlıkta iyileştirilmiş olur (Tarımcı ve Sarı, 2006).

Bu teknik termal buharlaştırma tekniğine göre üstün olmasına rağmen birtakım olumsuzlukları da vardır. Bu sistemin dezavantajı yüksek gerilim kullanılarak elektronları hızlandırılır buharlaştırma esnasında ark ve elektrik boşalması gerçekleşebilir. Bir diğer dezavantajı ise elektron demetini hedefe yönlendirmek için yüksek vakum ( $10^{-8}$  mbar) seviyelerine çıkılmalıdır (Tarımcı ve Sarı, 2006).

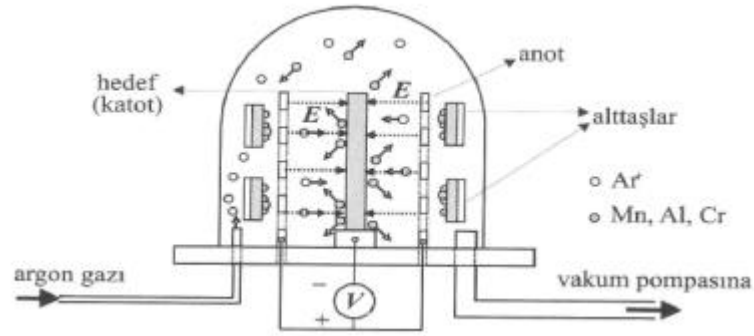
### 3.1.4. Saçtırma tekniği

Saçtırma tekniği, enerji yüklü parçacıkların katı bir yüzeye çarptırılarak iyonize olmuş gaz atomları tarafından sökülerek kaplanacak malzeme yüzeyine fırlatılır (Ağar, 2017). Saçtırma tekniğinde, basınç diğer sistemlere göre yüksektir ve kullanılan gazlar malzemeler ile reaksiyona girmez (Tarımcı ve Sarı, 2006). Şekil 3.7.' de saçtırma sisteminde DC güç kaynağı ile iyonların hedef kaynağına çarptırılarak çıkan nötral atomların kaplanacak malzemeye ilerlemesinin şematik gösterimi verilmektedir.



Şekil 0.7. Saçtırma tekniğinin şematik gösterimi.

Saçtırma işleminde plazmanın oluşması için elektrotlar arasında bir soy gaz pompalanır ve elektrotlar arasında uygulanan potansiyel ile bu elektrotlar arasında soy gazın plazması meydana gelir. Plazmanın oluşmasıyla akım birden arttığı için bir potansiyel enerji azalması oluşurken plazma içinde de oluşan pozitif iyonların katoda vurarak ikincil elektron emisyonu yapar. Bunun sebebi yüklü parçacık sayısının çok hızlı bir şekilde artmasıdır. Plazma içinde bulunan pozitif iyonlar bu potansiyel düşümünde katoda doğru hızlanırlar ve bu hızla katoda vururlar ve bir süre sonra nötral materyal atomları sökülmeğe başlar. Anodun üzerindeki taban üzerine sökülme bu nötral atomlar taban üzerine kaplanırlar (Thornton, 1983). Şekil 3.8'de (Bunshah, 2001) saçtırma tekniği kullanan sistemin gösterimi verilmiştir. Şekilde anot ve katot arasında uygulanan voltaj ile argon gazı ortamında E atomlarının plazma oluşturması ve alttaşlar üzerinde kaplamanın oluşturulması şematize edilmiştir.



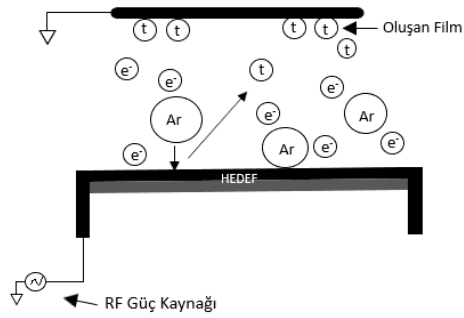
**Şekil 0.8.** Saçtırma tekniği ünitesi.

Saçtırma işleminin güç kaynağının cinsine göre adı değişen iki yöntemi vardır (Johnson, 2005; Tarımcı ve Sarı, 2006; Bunshah, 2001). Elektrotlar arasına uygulanan voltaj radyo frekans güç kaynağı ile oluyorsa bu işlem radyo frekansı (RF) saçtırmadır, elektrotlar arasına uygulanan voltaj bir doğru akım üreten güç kaynağı olduğunda doğru akım (DC) saçtırmadır. Magnetron saçtırma sisteminde ise katodun arka kısmına mıknatıs kullanılanlara elektrotlar arasındaki pozitif iyon sayısı artırılır (Bunshah, 2001; Johnson, 2005).

### **3.1.4.1. Radyo frekansı (RF) saçtırma tekniği**

RF saçtırma tekniğinde, saçtırma işlemin için RF güç kaynağının kullanılır ve sistemde kullanılan elektrotlar dielektrik malzemeden olabilir. Saçtırma tekniği için anlatılan çalışma prensibi RF saçtırma sistemini içinde aynıdır. RF saçtırma sistemi dört ana kısımdan oluşur; vakum odası, vakum pompası, radyo frekansı güç kaynağı (Grill, 1994; Johnson, 2005).

Basıncı düşürerek vakum odasındaki havanın başka gazlardan temizlenmesi ve iyonize olmuş parçacıkların yüksek enerjili çarpışmalar yapmaları için vakum pompasıyla basınç düşürülür. Bu sayede plazması oluşturmak istenen materyalin saflığını ve kalitesi artırılabilir (Grill, 1994). Şekil 3.9.' da RF saçtırma sistemiyle film oluşumunun şematik gösterimi verilmiştir.

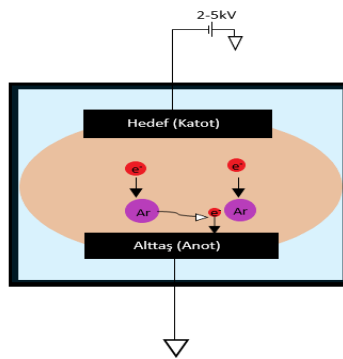


**Şekil 0.9.** RF saçırma sistemiyle film oluşumunun şematik gösterimi.

Hedef materyalin iyonize olması için radyo frekansı güç kaynağı ile elektromanyetik dalgalar üretilir ve bu dalgalar sayesinde vakum odası içinde titreşim frekansı oluşturulur. Plazma deşarjını sürekli olması frekansın yüksek olmasındandır (Grill, 1994; Johnson, 2005; Bunshah, 2001).

### **3.1.4.2. Doğru akım (DC) saçırma tekniği**

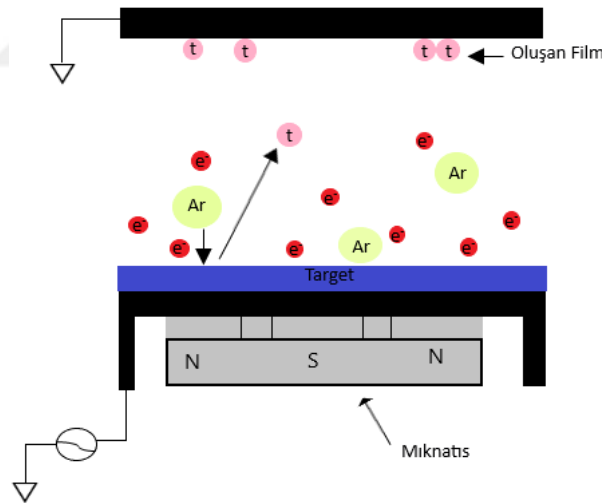
Bu teknikte DC güç kaynağı ile saçırma işleminde elektrotlar arasına uygulanan potansiyel fark elde edilerek metal malzemeler kaplanır. Şekil 3.10.' da DC saçırma sistemi ile film oluşumunun şekli gösterilmiştir. Şekilde vakum odası içerisinde hedef (katot) materyalinden koparılan atomların argon atomları ile çarpışarak plazma oluşumu ve bu plazmanın alttaş üzerinde kaplama oluşturulması gösterilmiştir. DC saçırma tekniği yalıtkan malzemelerin kaplanması için uygun değildir. Bu teknikte homojen, iyi tutunmuş filmler üretilebilir ve plazmanın yoğunluğu düşüktür. Katotta daha düşük iyon akımlarının sebebi plazma yoğunluğunun düşük olmasıdır ve depolama oranı düşüktür.



**Şekil 0.10.** DC saçırma sistemi ile film oluşumunun şematik gösterimi.

### **3.1.4.3. Radyo frekanslı (RF) magnetron saçtırma tekniđi**

Bu teknikte, elektriksel alana ve bu alana dik dođrultuda bir de manyetik alan iyonlařmıř soy gaz (argon vb.) atomlarını hızlandırarak manyetik alan sayesinde elektronlar manyetik sarmal yörünge boyunca hareket ederler. Düşük basınçlarda plazmanın oluşması ve hedeften atom koparmanın daha yoğun bir şekilde gerçekleşmesinin sebebi elektronların manyetik sarmal yörüngesi nedeniyle yolları uzadıđı için hareketleri boyunca daha çok sayıda nötr soy gaz atomlarıyla çarpıřma yaparak hedef üzerinde iyon konsantrasyonunu arttıırırlar. Isıya duyarlı örnekler için bu yöntem hedeften kopan elektronların alttařa ulaşması manyetik alan sayesinde önlendiđinden alttař ısınması da bir dereceye kadar önlenmiř olduđundan tercih edilir (Tarımcı ve Sarı, 2006; Johnson, 2005; Bunshah, 2001). řekil 3.11.' de RF magnetron saçtırma sistemiyle ince film üretiminin řematik gösterimi verilmiřtir. řekilde RF güç kaynađı ile t kaplama malzemesinin koparılıp ince film oluşturulması gösterilmiřtir.



**Şekil 0.11.** RF magnetron saçtırma sistemiyle film oluşumunun řematik gösterimi.

### **3.1.4.4. Doğru akım (DC) magnetron saçtırma tekniđi**

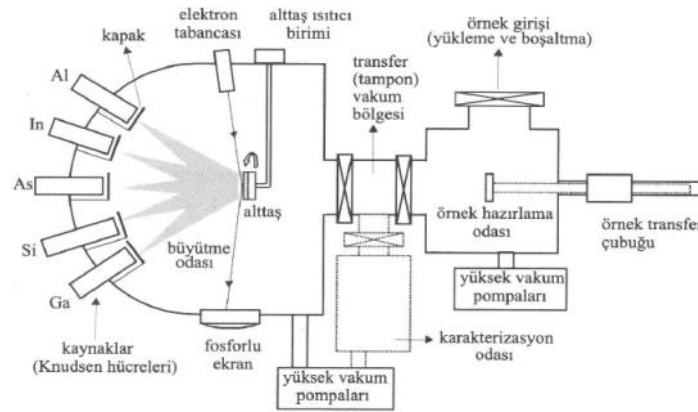
DC saçtırma tekniđi ile aynı çalışma prensibine sahip olup, saçtırma işleminde elektrotlar arasına uygulanan potansiyel fark DC güç kaynađı ile sağlanır. Manyetik alan ek

olarak mıknatıslar yardımı ile oluşturularak düşük basınçlarda plazma ortamı olur. Kaplanması istenilen film özelliğine göre uygulanabilecek bir tekniktir (Tüzemen, 2007).

### 3.1.5. Moleküler demetli epitaksi tekniği

Moleküler demetli epitaksi yöntemi ile üretilen ince film kalınlığının çok hassas kontrol edilebilmekte ve yüksek vakum ( $<10^{-11}$  mbar) ortamında bir kristal yüzey ile atom veya moleküllerin termal demetlerinin reaksiyona girebilmesi sürecini içeren tekniktir (Ağar, 2017).

Epitaksi, alttaşın kristal yapısını ve yönelimini koruyacak şekilde gerçekleştirilen ince film büyütme işlemini ifade eder (Balbağ, 2009). Şekil 3.12' de (Tarımcı ve Sarı, 2006) MBE düzeneğinin şekilsel gösterimi verilmiştir. Şekilde kaynak hücrelerinde bulunan malzemelerden kaplama içinde kullanılacak olanlar plazması hazırlanıp alttaş üzerine gönderilerek alttaş üzerinde ince film üretimi gösterilmiştir.



**Şekil 0.12.** Moleküler demetli epitaksi (MBE) düzeneğinin şekilsel bir gösterimi.

Knudsen hücreleri olarak bilinen silindirik kaplar içerisine üretilecek ince filmi oluşturacak materyallerin her biri (As, Ga, Al, Si vb.) ayrı ayrı yerleştirilir ve yerleştirilen materyallerin uygun sıcaklık altında ısıtılması ile buharlaştırılan atomlar kaplanacak malzeme üzerine ulaşarak istenilen içerikteki filmleri büyütebilmektedir.

Büyütme işlemi gerçekleşirken büyütülmesi istenen filmin içeriğini oluşturan kaynakların önündeki kapakçıklar çok kısa süreye ayarlanmış (milisaniye mertebesinde) açılarak sadece bu kaynaktan çıkan materyaller kaplanacak yüzey üzerine ulaşır. İşlem sonucunda ince filmi üretilmeye başlar (Tarımcı ve Sarı, 2006).

Moleküler demetli epitaksi (MBE) tekniğinde kaplanacak filmin istenilen bileşimde olmasında malzemenin sıcaklığının etkisi büyüktür ve bundan dolayı kristal büyütme esnasında kaplanacak malzeme, büyütülecek filmin türüne bağlı olarak, 450 °C ile 700 °C arasında ısıtılarak filmin epitaksiyel olarak büyümesi sağlanırken alttaş döndürülerek homojen kaplanması sağlanır (Tarımcı ve Sarı, 2006).

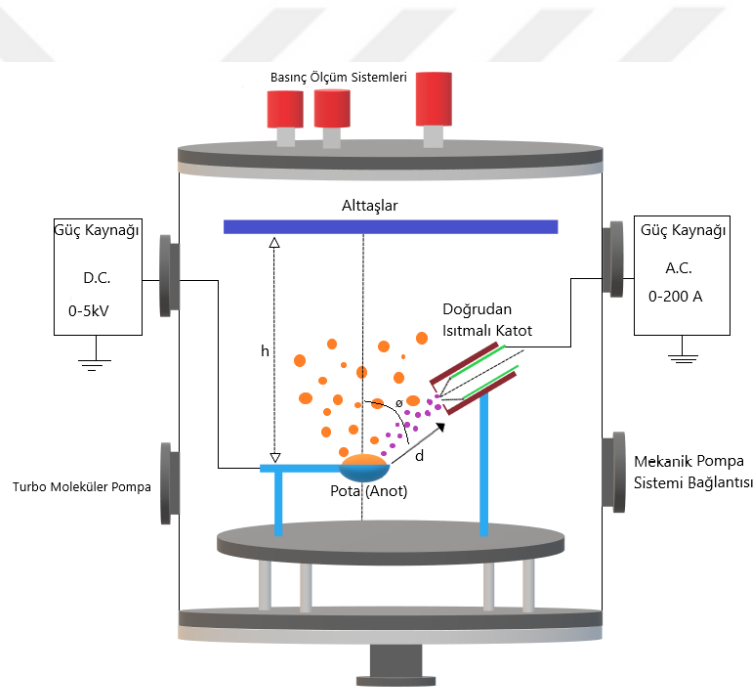
MBE avantajları ilk olarak tek sıralı moleküller mertebesinde ince film üretme hassasiyetine sahip olmasıdır. Oldukça hassas ince film kalınlıklarının kontrol edilebilmesi ve büyütme işlemi gerçekleştirilirken kaplama kalınlığının ölçülebilmesi bir diğer avantajdır. Katkılama ve özellikle ince filmin çok küçük bir bölgesinin katkılanması işlemi (delta katkılama) yapılabilmesidir (Ağar, 2017).

Dezavantajları ise ince film üretimi çok yüksek vakum altında yapılmadığı durumlarda istenmeyen atomları üretilen ince filmin içine karışabilmektedir yani büyütülme işlemi yapılacak malzemelerin saflığının çok yüksek (%99,9) olması gerekmektedir. Yüksek vakum pompalarının sistemde film büyütme işleminin yapılmadığı durumlarda da sürekli çalışması gerektiğinden düzeneklerin hem kurulmasının hem de işletilmesinin oldukça masraflı olmasına neden olmaktadır. Seri üretim için uygun değildir kristal büyütme işleminin hızının çok yavaş olmasından dolayı (Ağar, 2017).

### **3.1.6. Termiyonik vakum ark tekniği**

Plazma, maddenin dördüncü halidir. Plazma; pozitif iyonlardan ve negatif elektronlardan oluşan, elektriksel olarak nötr durumda bulunan, iyonlaşmış halindeki gazdır. Plazma yüksüz olmasına rağmen elektriksel alan ve manyetik alandan etkilenmektedir. Bu özellikleri sayesinde plazma kaplama teknolojilerinde kullanılmaktadır.

Termiyonik vakum ark (TVA) sistemi yüksek vakumda ( $10^{-6}$  torr) çalışarak anot plazması oluşturulan bir sistemdir. Yüksek vakum koşullarında ( $10^{-6}$  torr) anot materyalinin plazmasının üretilmesi için 1983 yılında termiyonik vakum ark sistemi yeni bir vakum ark üretim yöntemi Ulusal Lazer Plazma ve Radyasyon Fiziği Enstitüsünün (INFLPR, Bükreş, Romanya) alt grubunda yer alan Geavit Musa ve arkadaşları tarafından geliştirilmiştir (Musa vd., 1983). Şekil 3.13.' de TVA' nın şematik gösterimi verilmiştir. Şekildeki TVA sisteminde güç kaynakları olarak 0-5kW doğrusal akım güç kaynağı ve 0-200 A alternatif akım güç kaynakları kullanılmıştır. Katottan anoda yönlendirilen elektronlar ile potada bulunan malzemenin plazması üretilmektedir. Plazma üst kısımda bulunan alttaş üzerinde biriktirilerek ince film üretimi yani kaplama işlemi gerçekleştirilir.



**Şekil 0.13.** TVA'nın şematik gösterimi.

Termiyonik vakum ark sisteminde plazma oluşumu vakum odasının içerisindeki anot ve katot sayesinde gerçekleşir. Kaplama malzemesi olan materyal (seramik, metal ya da yarı iletken) anot elektrotuna konulur. Anodun üzerinde bulunan Wehnelt silindiri aracılığıyla katottan yayılan elektronlar kaplama malzemesine yönlendirilir. Wehnelt silindiri içinde bulunan filaman düşük voltajlı güç kaynağı ile üzerinden akım geçirilerek ısıtılır. Termiyonik ve elektron emisyonu için filaman (katot) ve anot arasında yüksek voltaj kullanılarak gerçekleştirilir.

Anotta bulunan malzemenin üzerine elektronlar hızlandırılarak ısıtır ve malzemenin erimesine daha sonra sürekli bir şekilde buharlaşmasına neden olur (Pat vd., 2016). TVA sisteminde düşük basınçta ( $10^{-6}$  torr) uygun voltaj değerine gelince anot malzemesinin elektronlar arasında plazması olduğu esnada yük boşalmasına deşarj denir.

TVA sisteminde gaz kullanılmadığı için deşarj safsızlık atomları içermez anodun içindeki malzemenin saf deşarjı bulunmaktadır (Özen, 2017).

TVA sistemi erime sıcaklığı yüksek veya düşük malzemeleri, seramik, metal, yarı iletken, metal oksit, süper iletken ve birçok malzemelerin kaplanmasına olanak sağlar. TVA tekniğinde her türlü yüzeye kaplama gerçekleştirilirken kaplamalar pürüzsüz, yüzey tutunumları yüksek, homojendir (Özen, 2017).

### **3.1.6.1. Termiyonik vakum ark sisteminin bileşenleri**

Termiyonik vakum ark sistemi 6 bileşenden oluşmaktadır.

- 1- TVA vakum odası
- 2- Elektrotlar sistemi
- 3- Güç kaynağı
- 4- Vakum sistemleri
- 5- Basınç ölçüm sistemi
- 6- Akım ve voltaj ölçüm sistemi

### **Vakum odası**

Vakum odası yüksek vakum değerine ulaşabilecek şekilde tasarlanmış ve paslanmaz çelikten üretilmiştir. Vakum odası çeperlerinde 0,5 cm çapında ve tutucularla kapakları tutturulmuş boşluklar bulunmaktadır.

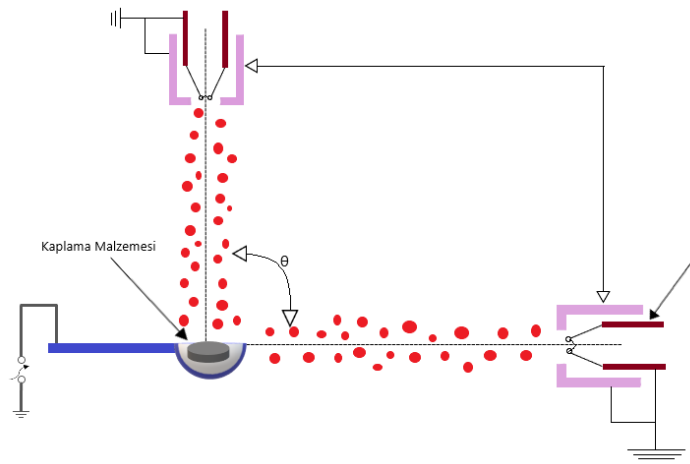
Bu bağlantıların bulunmasının sebebi akım, elektrik bağlantılarının ve basınç, voltaj ölçerlerin bağlantılarının girişi için bulunmaktadır(Özen, 2017). Paslanmaz çelikten üretilmiş silindirik vakum odası Şekil 3.14' te verilmiştir.



Şekil 0.14. Vakum odasının fotoğrafı.

### **Elektrotlar sistemi**

Termiyonik vakum ark (TVA) sistemi katot ve anot olarak iki elektrottan oluşur. Bu elektrotların konumları istenildiği gibi değiştirilebilmektedir. Katot elektrotu, elektron tabancası içine yerleştirilen üzerinden akım geçirilerek elektron emisyonu (yayımlı) oluşturulan bir filaman ve istenilen çaplarda, farklı kalınlıklara sahip tungsten telden oluşmaktadır (Özen, 2017). Şekil 3.15.' de ısıtılan katot ile potadan çıkan elektronlarının dizilişi gösterilmiştir.  $\theta$  açısı katotun anoda göre konumunun ifade etmektedir.



**Şekil 0.15.** Doğrudan ısıtılan katot ile TVA' nın elektrotların düzenlenişi.

Anotta bulunan malzemenin üzerine elektron demetini yönlendirmek için Wehnelt silindiri kullanılır. Wehnelt silindiri molibden malzemesinden yapılarak negatif potansiyelle beslenir (topraklanır) (Özen, 2017). Wehnelt silindiri Şekil 3.16.' da gösterilmiştir.



**Şekil 0.16.** Wehnelt silindiri.

Plazması oluşturulacak malzemenin içerisine konulduğu potaya anot elektrotu denir. Anot elektrotu yüksek erime sıcaklığı olan malzemelerden seçilir. Çünkü işlem sırasında pota malzemesi ile plazmanın alaşım yapmaması içindir (Balbağ, 2009). Bu malzemeler tungsten, molibden ve karbondur. Elektron emisyonu sağladığı için kullanılan elektron tabancası ve anot arasındaki açrı ayarlanabildiği bir paslanmaz çelikten yapılmış tabla üzerindedir.

## Güç kaynağı

Termiyonik vakum ark (TVA) sisteminde iki ayrı güç kaynağı kullanılmaktadır. Filamanda kullanılan güç kaynağı düşük voltaj güç kaynağı AC (12V - 200A) 'dir. AC güç kaynağı düşük voltajlı olduğundan dolayı termiyonik emisyon işleminde kullanılır. DC yüksek voltaj kaynağı elektronlar arasında 0-5 kV arasında değişen hızlandırma potansiyeline sahip güç kaynağıdır. Termiyonik vakum ark sistemi için tasarlanıp yapılan AC ve DC güç kaynakları Şekil 3.17'de görüldüğü gibi düğmeleri, sigortaları ve uygulama voltajlarının kademe kademe arttırılabildiği bölümleri olan tasarlanmış panodur.



Şekil 0.17. TVA sistemine özel güç kaynağı.

## Vakum sistemleri

Plazmanın oluşturulması için vakum odasının belli bir basınç değerine gelmesi gerekmektedir. Vakum odasını yüksek basınç değerine getirmek için Edwards E2M40/EH250 marka ve modele sahip bir mekanik pompa (Şekil 3.18-a) ve Agilent TwisTorr 304 FS marka ve modele sahip turbo moleküler pompa (Şekil 3.18-b) kullanılır. İlk olarak mekanik pompa  $10^{-3}$  torr'a kadar basıncı düşürebilmektedir. Turbo moleküler pompa sadece çıkışındaki basınç  $10^{-1}$  torr'dan daha küçük basınçlarda çalışabildiği için vakum odası bu değerlere geldiğinde mekanik pompanın girişine bağlanan turbo moleküler pompanın çıkışı vakum odasını daha düşük basınç değerlerine ulaşması için çalıştırılır. Çalıştırılan turbo moleküler pompasının basınç değerini  $10^{-6}$  torr'a kadar düşürür.



**Şekil 0.18. a) Vakumlama için mekanik pompa b) Turbo moleküler pompa fotoğrafları**

### **Basınç ölçüm sistemleri**

Plazma reaktörünün basıncı Edwards marka Active Pirani Gauge APG-M model düşük basınç manometresi ve Edwards marka Active Inverted Magnetron Gauge AIM-S model çok düşük basınç ölçebilen manometre ile ölçülür. Her iki manometrede üç girişli Edwards marka Active Gauge Controller AGC Single Display model dijital basınçölçere bağlıdır. Bu basınç ölçerde bu iki manometre ayrı ayrı gözlenebilmektedir.

Düşük basınç manometresi  $10^{-3}$  mbar'a kadar düşük basınçları, diğer manometreler ise  $10^{-3}$  ile  $10^{-6}$  mbar arasındaki çok düşük basınçları ölçebilmektedir. Vakum odasının basıncı Edwards Active Pirani Gauge APG-M marka ve modelde düşük basınçölçer ve Edwards Active Inverted Magnetron Gauge AIM-S marka ve modelde daha düşük basınçölçer ile ölçülmektedir. Düşük basınç ölçer  $10^{-3}$  torr'a kadar olan düşük basınçları hassas olarak ölçebilmektedir.

### **Akım ve voltaj ölçüm sistemleri**

Özel olarak tasarlanmış ampermetre ve voltmetre ile kaplaması yapılacak malzemenin elektrotların arasındaki deşarj akımı, voltaj düşümü ve ateşleme voltajı değerleri ölçülebilmektedir. Filaman akımını gözlemleyebilmek için bir askı ampermetre kullanılmaktadır. Akım ve gerilim ölçerlerin fotoğrafı Şekil 3.19' da gösterilmiştir.



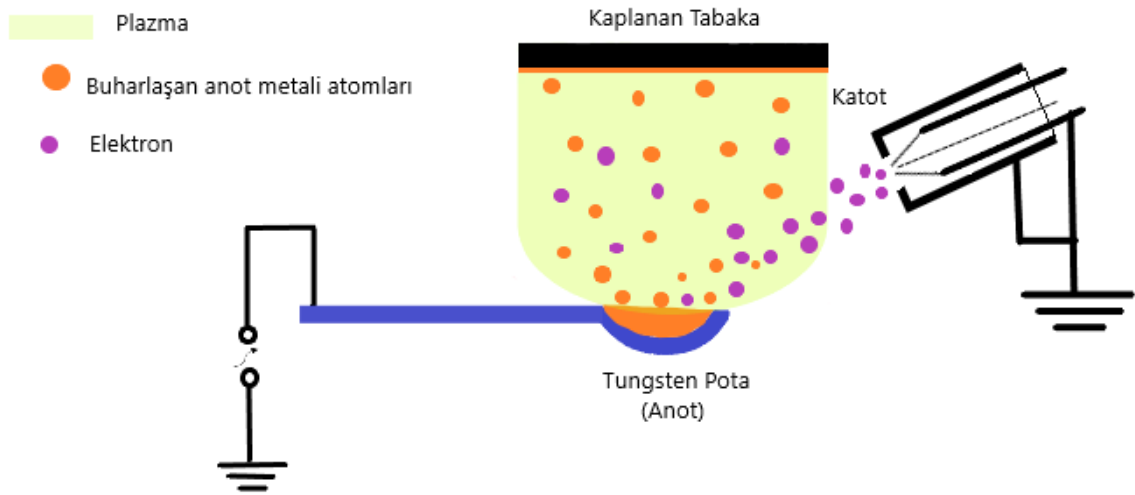
**Şekil 0.19.** Akım ve voltaj ölçerlerin fotoğrafı.

### **TVA deşarjı**

Termiyonik vakum ark (TVA) sisteminde deşarj, plazmanın oluşması için filamanın (katot) ısıtılır ve yayınlanan elektronlar, anot içerisinde bulunan kaplama malzemesinin üzerine yüksek voltaj ile bombardıman edilir, kaplama malzemesi ısınarak erir ve buharlaşarak plazma oluşması esnasında meydana gelen yük boşalması olarak tanımlanmaktadır (Ağar, 2017).

TVA' da deşarjı oluşturulması filamanın (katot) ısıtılması ile başlar ve AC düşük voltaj güç kaynağı kullanılır ve diğer ucu elektrotların monte edildiği tablaya dolayısıyla vakum odasının üzerine bağlanarak toprak olarak kullanılır. Isıtılan filamanın termo-elektron emisyonu sağlar ve sonra anot ile katot arasına yüksek voltaj uygulanır. Anot üzerine filamandan yayınlanan elektronlar Wehnelt silindiri sayesinde odaklanmış olarak hızlandırılır. Wehnelt silindiri toprak potansiyelinde tutulur ve yüksek sıcaklıklara dayanıklı paslanmaz çelikten yapılmış bir silindiridir.

Elektrotlar arasına uygulanan voltaj arttırılmaya devam edilirse, elektrotlar arası anot metali atomlarının belirli bir yoğunluğunda ve uygulanan voltajın uygun değerinde, katottan yayınlanan elektron emisyonunun devam etmesi sebebiyle anot metali buharlarında parlak bir deşarj oluşur (Karakaş, 2006). Plazma oluşumu Şekil 3.20' de gösterilmiştir.



**Şekil 0.20.** TVA’ da gaz haline geçen materyalin elektron bombardımanın devam etmesiyle plazma haline geçmesi.

Deşarjın oluşmasıyla elektrotlar arasındaki gerilim aniden düşer akım ise birden yükselir. Vakum odasına yerleştirilen alttaşlar ya da herhangi bir malzeme anot materyalinin buharının plazmasıyla kaplanır (Özkan, 2010).

### **3.1.6.2. Termiyonik vakum ark sisteminin özellikleri**

1. Yüksek vakumda ya da ultra yüksek vakumda sistemin çalışması nedeniyle yüksek saflıkta kaplamalar yapılabilmesi,
2. TVA sisteminde kaplama yapılırken herhangi bir gaza ihtiyaç yoktur.
3. TVA sistemiyle üretilen ince filmin yüzeye sıkı tutunma ve düşük yüzey pürüzlülük özelliklerine sahip olması,
4. İyon enerjilerinin elektrotlar arası mesafe, filaman akımı ve voltajı değişimiyle kontrol edilebilmesi,
5. Seramiklerin ve yüksek erime sıcaklığına sahip materyallerin (B, C gibi) ince filmlerinin üretilmesi,
6. Birçok alt taban (Si, Cam, Kumaş, Plastik gibi) üzerine ince film kaplanabilmesi (Balbağ 2009).

### **3.1.6.3. TVA sisteminde üretilen ince filmlerin özellikleri**

Bugüne kadar üretilen ince film kaplamaların incelenerek TVA sisteminin özellikleri bulunmuştur;

- Yüksek saflıklarda ince filmler üretilir (sadece kaplaması oluşturulacak malzemenin ince filmleri üretilir ve eser miktarda safsızlık atomları olabilir) (Pat vd., 2005).
- Oldukça yüksek yüzey tutunmaları olan ince filmler ve bu tutunmaların TVA sistemi ile ayarlanabilmektedir (Pat vd., 2005).
- İnce filmler TVA sistemi ile üretilerek yüzey pürüzlülüğünün düşük ve oldukça sıkı yapıda olduğu görülmüştür (Ekem vd., 2008).
- Çok yüksek erime sıcaklığına sahip olan refrakter malzemelerin ince filmleri üretilebilir ve malzemelerin işlenmesi de gerçekleştirilebilir (Surdu-Bob vd., 2007).
- TVA da oluşturulan plazmanın iyon enerjisi kontrol edilerek ince filmin alttaş üzerindeki difüzyon derinliği tercihe göre değiştirilebilir (Vladoiu vd., 2003).
- İnce filmlerin kaplama yapılırken depolama miktarı ayarlanabilir (Musa vd., 1984).

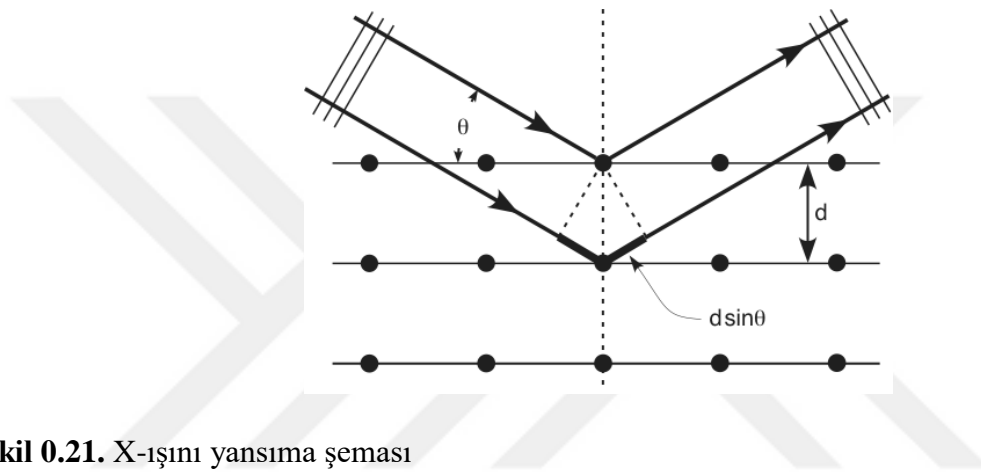
## **3.2. Uygulanan Testler**

### **3.2.1. X ışını kristalografisi (XRD)**

X-ışınları, yaklaşık 0.02 Å (Angström) ile 100 Å ( $1\text{Å} = 10^{-10}\text{ m}$ ) arasında dalga boyuna sahip elektromanyetik dalgalardır ( $10^{-6}\text{ cm}$  ile  $10^{-10}\text{ cm}$ ). X-ışınları 1000 Å dan başlarlar ve 2 ile 1000 Å' luk dalga boyları arasındaki ışınlar çok çabuk soğurulmaya uğrarlar. Kristalografide 0.5-2.5 Å dalga boyundaki X-ışınları kullanılır.

Elektromanyetik spektrumundaki yeri mor ötesi (ultraviyole) ışınlar ile gama ışınları arasındaki bir bölümü oluşturur. Göz ile görünmezler. X-ışınları, gözle görülen ışınlarda olduğu gibi yatay titreşimlidirler. Doğrusal yayılır ve normal ışık gibidir, ancak ışığa nazaran dalga boyu daha kısadır ve daha yüksek enerjilidir.

Bir maddenin, malzemenin kristal yapısını inceleyerek mineralojik bileşimini bulunurken X-ışınlarından yararlanır. Optik mikroskop yöntemleri ile belirlenemeyecek kadar küçük tane boyutuna sahip minerallerin kristal yapı özelliklerine göre tanımlanmasında kullanılan bir tekniktir. Bu yöntemin esası; çok kısa dalga boyuna sahip elektromanyetik dalgalardan meydana gelen X-ışınları demetinin analiz edilecek numunenin üzerine gönderilip, kristallerin atomlarına çarptırılarak yansıtılmasıdır (Thibault vd., 2008). X-ışını yansıma şeması Şekil 3.21.'de verilmiştir.



Şekil 0.21. X-ışını yansıma şeması

Kristalografide kullanılan X-ışının, dalga boyu  $\lambda$ , gelen ışın ile yüzey arasındaki açı  $\theta$ , paralel düzlemler arasındaki uzaklık ise  $d$  ile tanımlanır. Materyalin üst ve alt atomik tabakalarından X-ışınımı yansıması gerçekleşir. Alt atomik tabakadan yansıyan ışın üst atomik tabakadan yansıyan ışına göre  $2d\sin\theta$  kadar daha fazla mesafe alır. Eğer gelen X-ışınının dalga boyu  $2d\sin\theta$ 'nin tam katları olursa, iki tabakadan gelen ışınların aynı fazda olur ve maksimum kırınım gözlenir. Tam katları değil de yarım katları olursa minimum kırınım olur (Demir, 2011).

X-ışını kırınım desenini çıkarmak için malzeme yüzeyi belirli açılar arasında taranır. Bu tarama sonucu ortaya çıkan kırınım deseni Bragg yasası Denklem 4.1.'de gösterildiği şekilde açıklanmaktadır.

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (4.1)$$

$n$ ; Kırılma indisi

$\theta$ ; Bragg açısı

Saçılan X-ışınının desenlerinin genişliğinden, ince filmlerin kristal büyüklükleri Denklem 4.2.' de gösterildiği şekilde hesaplanmaktadır (Scherrer, 1918).

$$L = \frac{\lambda}{d \cos \theta} \quad (4.2)$$

### 3.2.2. Atomik kuvvet mikroskobu

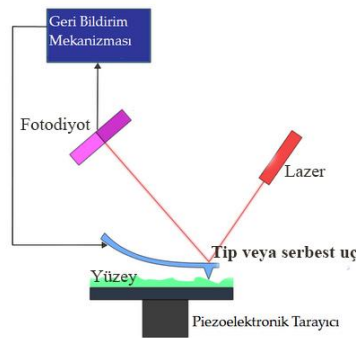
Atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ya da taramalı kuvvet mikroskobu çok yüksek çözünürlüklü bir taramalı kuvvet mikroskobudur. AFM cihazının en önemli özelliklerinden biri iletken olmayan malzemelerinden ölçümüne izin vermesidir. AFM cihazı basitçe dört parçadan oluşmaktadır. Bu dört parça pimi tutan serbest ucun bulunduğu konsol, lazer, fotodiyot ve tarayıcıdan oluşmaktadır. Konsol da bulunan serbest uç bir diğer deyişle tip genellikle silikon veya silikon nitrürden üretilir.

Lazer, konsolda bulunan serbest ucun (tip) arkasına odaklanır ve fotodiyota yansıtılır. Fotodiyotun yansıyan lazer ışınlarının konumunun hassiyetle belirlemesi konsolün ucunun hareketlerini daha duyarlı belirlemesine ve yüzey topografisinin yüksek hassasiyetle belirlemesi sağlar. Şekil 3.22.' de AFM cihazının görüntüsü verilmiştir.



**Şekil 0.22.** AFM cihazının görüntüsü

AFM cihazının temel olarak temaslı ve temassız olarak iki çalışma modu bulunmaktadır. Temassız modda AFM cihazının çalışması, konsül rezonans frekansı değerlerine yakın değerlerde salınması için uyarılır. Bu işlem piezo element frekansına karşılık gelen alternatif akım voltajı ile gerçekleştirilir. Tip numuneye çok yaklaştığında, tip ile numune arasında etkileşme olur oluşan kuvvet ile rezonans eğrisinde kayma gerçekleşir. Konsol sabit frekansta uyarıldığında salınım genliği değişir ve bu değişiklik fotodiyot ile algılanır. Bu işlem satır satır belirlenen aralıklarla belirlenen alanda tarama gerçekleştirilir. Tip ve numune arasındaki mesafe değiştirilerek önceden ayarlanmış genlik sabit tutulur. AFM cihazının çalışmasının şeması Şekil 3.23.'de gösterilmiştir.



**Şekil 0.23.** AFM cihazının çalışma modeli

Tip ile numune arasındaki kuvvet Denklem 4.3.'de verilmiştir.

$$F_{genel\ top.} = F_c + F_{vdw} + F_e + F_m \quad (4.3)$$

$F_c$ ; Kısa menzilli kimyasal kuvvet

$F_{vdw}$ ; Van der Waals kuvveti

$F_e$ ; Elektrostatik kuvvet

$F_m$ ; Manyetik kuvvet

Pauli ilkesine göre kısa mesafelerde itici parça pozitif çekirdekler ile kabukların çakışması arasındaki etkileşimden kaynaklanmaktadır. Kısa mesafelerde çekici ve itici kuvvet Leonard-Jones potansiyeli ile Denklem 4.4.'de gösterilmektedir.

$$U_c = 4\varepsilon \left[ \left( \frac{\sigma_0}{r} \right)^{12} - \left( \frac{\sigma_0}{r} \right)^6 \right] \quad (4.4)$$

AFM ölçümleri ile yüzey özellikleri incelenebilmektedir. Yüzey özelliklerinden pürüzlülük yüzey atomlarını kapsayan bir tür kusurdur. Pürüzlülük RMS veya  $R_q$  ile ifade edilen ortalama karekök yüzey pürüzlülüğü, yüzeydeki yükseltelerin standart sapmasını temsil eden bir birimdir ve Denklem 4.5' de gösterilmiştir (Raposo, 2007).

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (Z_i - \bar{Z})^2} \quad (4.5)$$

$N$ : Veri alınan nokta sayısını

$\bar{Z}$ : Ortalama yüksekli değeri ( $\bar{Z} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N Z_i$ )

$R_a$ , ortalama yüzey pürüzlülüğü olarak ifade edilen bir çeşit pürüzlülük göstergesidir. Orta düzlemde sapmaların aritmetik ortalamasıdır. Denklem 4.6 'da  $R_a$ , değerinin hesaplanması verilmiştir (Raposo, 2007).

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |Z_i - \bar{Z}| \quad (4.6)$$

Yüzey özelliklerini daha detaylı incelemek için çarpıklık (Ssk) momentine bakılabilir. Ssk, asimetrliliği ölçen parametredir, Ssk değerinin sıfır olması simetrik olduğunu ifade eder. Denklem 4.7' de Ssk değerinin formülasyonu verilmektedir:

$$Ssk = \frac{1}{NR_q^3} \sum_{i=1}^N (Z_i - \bar{Z})^3 \quad (4.7)$$

Yüzey özelliklerinden, yüzey düzgünlüğünü ölçmek için kurtosis momentine bakılabilir. Kurtosis momenti Skr olarak ifade edilmektedir. Denklem 4.8' de ise Skr değerinin formülü gösterilmiştir:

$$Skr = \frac{1}{NR_q^4} \sum_{i=1}^N (Z_i - \bar{Z})^4 \quad (4.8)$$

Eğer yüzeyde çukurlardan çok tepelere sahip ise ve asimetric bir dağılıma sahipse Ssk değeri pozitif olmaktadır. Yüzey düz ve çukur sayısı az ise Ssk değeri negatif olmaktadır. Tepe ve çukurların eşit olduğunun düşünüldüğü Gaussian yüzeyi simetrik bir yükseklik değeri sergilemek ister. Gaussian yükseklik dağılımına sahip bir yüzeyin kurtosis değeri sıfırdır, fakat, kurtosis negatif ise, yüzey düzdür. Kurtosis değeri pozitif olduğunda ise, yüzeyde tepeler daha fazladır.

### 3.2.3. RAMAN kayması analizi

Basitçe RAMAN kayması analiz ölçümü numunenin tek ışık kaynağından oluşan bir lazer kaynağıyla ışınlanmasıyla saçılan ışının belirli bir açıdan ölçümüne dayanır. RAMAN ölçümleri için cıva arkı kullanılırken daha sonra yüksek şiddetli gaz veya katı lazer kaynakları kullanımına geçmiştir.

Moleküllerin şiddetli bir tek renk ışın demeti ile etkileşmesi sırasında ışığı soğurması beklenir fakat gerçekleşmiyorsa ışık saçılması gerçekleşir. Işık saçılması iki şekilde gerçekleşir;

- Elastik saçılma (Rayleigh saçılması);  $\lambda_{\text{yansıyan}} = \lambda_{\text{lazer}}$
- Elastik olmayan saçılma (RAMAN saçılması);  $\lambda_{\text{yansıyan}} > \lambda_{\text{lazer}}$

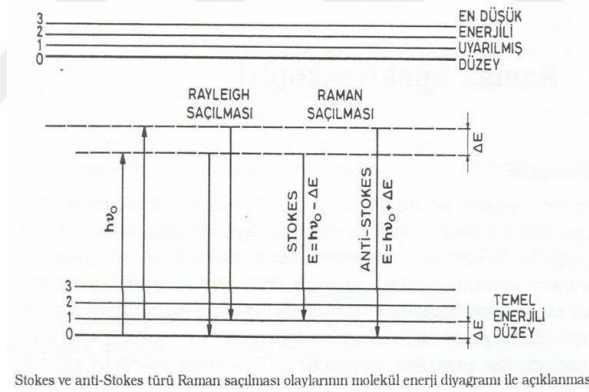
RAMAN spektroskopisinde atom ile etkileşen ışığın dalga boyuna göre saçılan ışığın dalga boyunda oluşan farklar ölçülür.

Stokes RAMAN saçılması:

$$E = h\nu_0 - \Delta E \quad (4.9)$$

Anti-stokes RAMAN saçılması:

$$E = h\nu_0 + \Delta E \quad (4.10)$$



**Şekil 0.24.** RAMAN saçılması olayının ortaya çıkışının molekülün titreşim enerji düzeyleri ile ilişkisi.

Bu farklar RAMAN kayması olarak adlandırılır. Molekül veya atomlar ile etkileşime giren ışık kaynağı olarak özellikle genellikle lazer türü kaynaklar kullanılmaktadır ve tür RAMANlara Lazer RAMAN Spektroskopisi adı da verilir. Lazer kaynağı olarak genellikle bakır ( $\text{CuK}\alpha$ ) kullanılmaktadır. RAMAN ölçümlerinde genellikle 200 ila 4000  $\text{cm}^{-1}$  dalga boyları arasında ölçüm gerçekleştirilmektedir. RAMAN saçılması olayının enerji düzeyleri ile ilişkisi Şekil 3.24' de (Colthup, 2012) gösterilmiştir.

$h\nu_0$  enerjili ve molekül tarafından soğurulmayan foton, molekül ile etkileştiğinde saçılmadan önce fotonlar veya moleküler enerjilerini bir kısmını diğerine aktarır. Bu enerji aktarımı ile moleküller farklı enerji düzeylerinde bulunurlar (Colthup, 2012).

### 3.2.4. Temas açısı

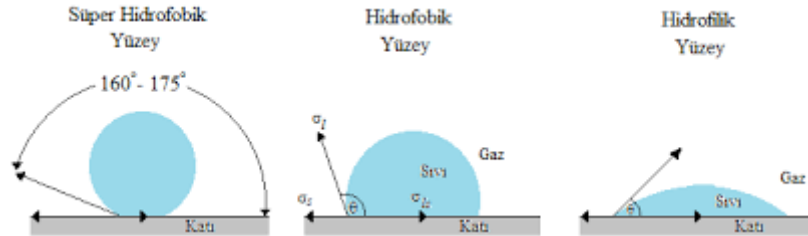
Temas açısı, bir sıvının katı bir yüzey ile yaptığı açı olarak tanımlanır ve yüzey özelliklerine bağlı olarak değişik değerler alır. Şekil 3.25’ de temas açısı ölçüm cihazı verilmiştir. Bu cihaz ile temas açısı ölçümünün de iğne ucundan damlatılan sıvı plakaya damlatılırken kamera ile kayıt altına alınmaya başlanır ve damlanın temasında sonra da kısa bir süre kayıta devam eder. Bu şekilde damlanın yüzey ile etkileşimi incelenir ve temas açısı  $\theta$  değme açısı belirlenir. Temas açısı, sıvının katı yüzeyinde ki davranışı ile ilgilidir. Sıvı yüzeyde ne kadar çok top şeklinde kalırsa o kadar büyük açı oluşur.

Açının büyüklüğü yüzey ile sıvı arasındaki etkileşmenin az olduğunu gösterir. Yüzey–sıvı arasındaki çekim kuvveti, sıvı molekülleri arasındaki kuvvetlere eşit veya daha büyükse,  $\theta$  sıfıra eşit olur. Sıvı damlası yüzey üzerine tamamen yayılır ve buna hidrofiliklik denir.



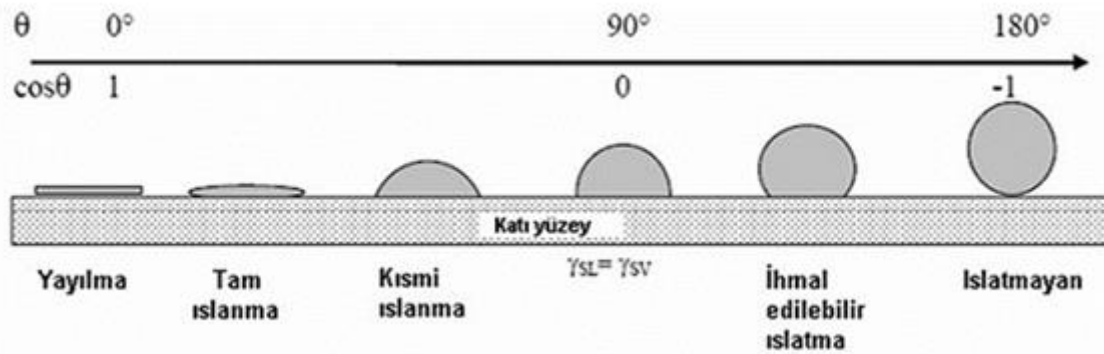
Şekil 0.25. Temas açısı ölçüm cihazı

Mükemmel bir ıslatma için temas açısının  $\theta=0^\circ$  olduğu durumda sıvı katı yüzey üzerine film halinde yayılır.  $\theta=180^\circ$  durumu pratikte oluşmaz. Damla üzerine etki eden yer çekim kuvveti, damlayı katı yüzeyine yaymayı ister. Şekil 3.26. ve 3.27.' de  $\theta$  temas açısı gösterimi verilmiştir.



Şekil 0.26. Temas açısı yüzey özellikleri

- $\theta < 90^\circ$  olduğu durumda yüzey hidrofiliktir (ıslanırılık).
- $\theta > 90^\circ$  olduğu durumda yüzey hidrofobiktir (az ıslanırılık).
- $\theta > 140^\circ$  olduğu durumda süper hidrofobiktir (Kwok ve Neumann, 1999; Zisman, 1964; Wenzel, 1949).

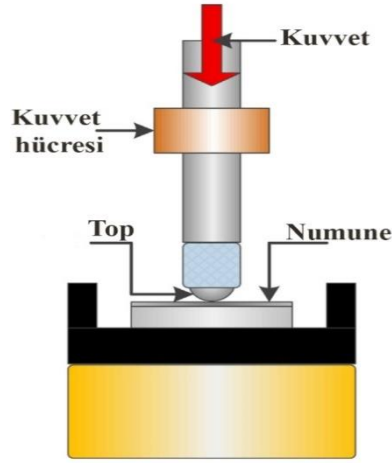


Şekil 0.27. Yüzeyin ıslatma karakteristikleri

### 3.2.5. Aşınma testi

Ball-on disk yöntemi ile gerçekleştirilen aşınma deneyinin amacı, sürtünen malzemelerin cinsine, sürtünen yüzeylerin biçimine, sürtünme koşullarına ve çevrenin kimyasal etkilerine bağlı olarak sürtünen yüzeyden malzeme kaybını öğrenmektir. Bu yöntemde ucunda genellikle tungsten karbür top bulunan bir kuvvet hücresi ile aşınma (sürtünme) ölçümünü gerçekleştirmek istenilen yüzeye kuvvet uygulanarak dairesel hareket yaptırılarak ölçümler gerçekleştirilir. Bu cihazın gösterimi Şekil 3.28' de verilmiştir.

Bu cihaz ile kuru veya yağlı, nemli ve sıcaklık gibi farklı değişkenleri değiştirerek sürtünme aşınma ölçümü gerçekleştirilebilir.



**Şekil 0.28.** Ball-on disk ölçüm cihazının şematik gösterimi

Ball-on disk cihazı 0-1400 d/dk devir ile çalışacak şekilde ayarlanmıştır. Şekil 3.28’ de gösterildiği gibi numunenin üzerine belirlenen bir kuvvet ile yük uygulanarak belirlenen çapta ve devirde Ball-on disk cihazının kolu numune üzerinde ölçümü gerçekleştirir. Dairesel hareket ile gerçekleştirilen ölçümün görüntüsü Şekil 3.29’ da verilmiştir.



**Şekil 0.29.** Ball-on disk ile ölçüm yapılmış numune

Dönme sırasında ise kol titreşim yaparak motor dönüş yönünde bir hareket verecek ve kuvvet hücresine baskı uygulayacaktır. Kuvvet hücresi üzerine gelen baskıyı gram cinsinden veya Newton cinsinden algılanan değer plc devre ve kuvvet hücre kutusu ile

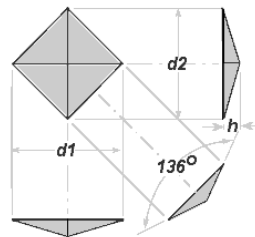
bilgisayar ekranında görülecektir. Kuvvet hücresinden gelen sürtünme kuvveti değerleri bilgisayardaki ara yüz programları ile sürtünme katsayısı da görülüp kayıt edilebilecektir (Zum Gahr, 1987).

### 3.2.6. Sertlik testi

Sertlik testi, mühendislik tasarımında, yapıların analizinde ve malzeme geliştirmede kullanılan malzeme özellikleri için mekanik bir testtir. Sertlik testinin temel amacı, bir malzemenin belirli bir uygulama için uygunluğunu veya malzemenin maruz kaldığı özel işlemi belirlemektir. Sertlik testinin yapılma kolaylığı onu metaller ve alaşımlar için en yaygın kullanılan muayene yöntemi haline getirmiştir.

Sertlik, bir malzemenin girinti, aşınma, yıpranma, çizilme gibi kalıcı deformasyona direnci olarak tanımlanır. Prensip olarak, sertlik testinin önemi sertlik ve malzemenin diğer özellikleri arasındaki ilişkiyle ilgilidir. Örneğin hem sertlik testi hem de çekme testi bir metalin plastik akışa direncini ölçer ve bu testlerin sonuçları birbirine yakın paralel olabilir. Sertlik testi, basit, kolay ve nispeten tahribatsız olduğu için tercih edilir.

Vickers sertlik testi yöntemi, test malzemesinin kare tabanlı bir sağ piramit biçiminde ve 0,01 ila 1 kg-f yük uygulanan karşı yüzler arasında 136 derecelik bir açı ile bir elmas girinti ile girintili hale getirilmesinden oluşur (Şekil 3.30). Tam yük normalde 10 ila 15 saniye uygulanır. Yükün çıkarılmasından sonra malzemenin yüzeyinde bırakılan girintinin iki köşesi bir mikroskop kullanılarak ölçülür ve bunların ortalaması hesaplanır. Girintinin eğimli yüzeyinin alanı hesaplanır. Vickers sertliği, kg-f yükünü çentik alanını mm kare alana bölerek elde edilen miktardır.



Şekil 0.30. Vickers sertlik testi yöntemi

Girintinin ortalama köşegeni belirlendiğinde, Vickers sertliği formülünden hesaplanabilir, ancak dönüşüm tablolarını kullanmak daha uygundur. Vickers sertliği 800HV/10 gibi bildirilmelidir, yani 800'lük bir Vickers sertliği 10 kg-f kuvvet uygulanarak elde edilmiştir. Birkaç farklı yükleme ayarı, homojen malzemede pratik olarak aynı sertlik numaralarını verir; bu, diğer sertlik test yöntemleriyle isteğe bağlı olarak ölçek değiştirmeden çok daha iyidir. Vickers sertlik testinin avantajı, hassas okumaların alınabilmesi ve tüm metal ve yüzey işlemlerinde yalnızca bir tür girinti kullanılmasıdır (Boyer, 1987; Herrmann, 2011).

$$HV = \frac{2F \sin \frac{186^\circ}{2}}{d^2} = 1854 \frac{F}{d^2} \quad (4.1)$$

F= kg-f (bir kilogramlık kütleyle etki eden yerçekimi kuvvetinin büyüklüğü)

d= İki köşegenin aritmetik ortalaması, d1 ve d2(mm)

HV= Vickers sertliği

Bu tez çalışmasında sertlik testi için Future Tech FM-700 mikro sertlik cihazı kullanılmıştır. Bu cihaz ile tezde kullanılan metallerin sertlik ölçümleri Çizelge 3.1'de verilmiştir.

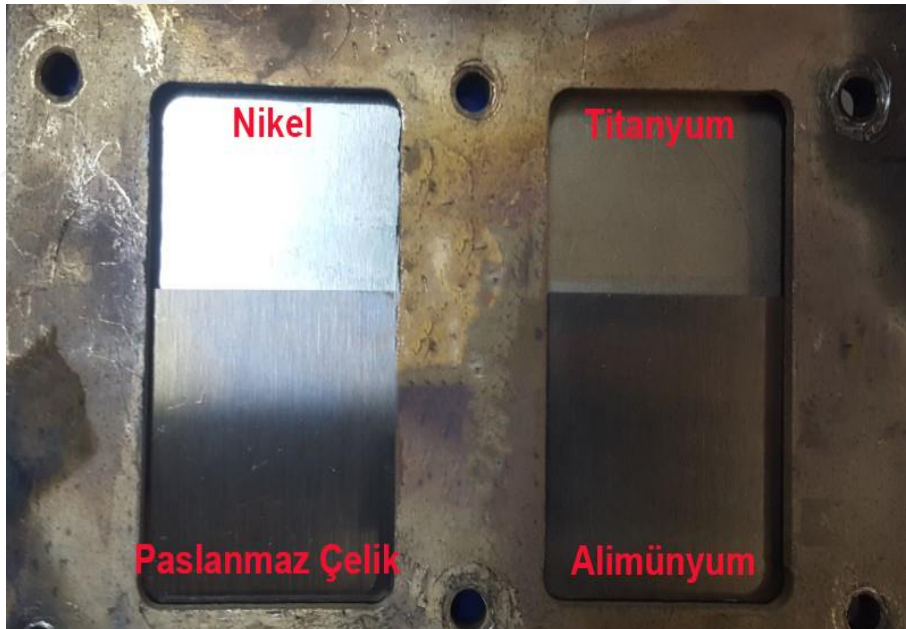
**Çizelge 0.1.** Sertlik testi sonuçları.

Malzeme	Yük (gr)	Zaman (sn)	Sonuçlar (Hv)
Nikel	300	10	104,9
Paslanmaz çelik	300	10	221,3
Titanyum	500	10	169,5
Alüminyum	300	10	48,9

## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

### 4.1. Bor Nitrür İnce Filmlerin TVA Tekniği İle Üretilmesi

Bu çalışmada termiyonik vakum ark (TVA) sistemi kullanılarak alüminyum, titanyum, nikel ve paslanmaz çelik üzerine bor nitrür ince film kaplaması gerçekleştirilmiştir. İnce film kaplaması için kullanılan bor nitrür 99,8+% saflıkta ve 65-75 nm boyutunda olup, pota olarak molibdenden üretilmiş pota kullanılmıştır. Bor nitrür ince film kaplamasının kalınlık tayini Cressington MTM10 cihazı ile anlık olarak vakum odası içerisinde gerçekleştirilmiştir ve yaklaşık olarak 155 – 165 nm boyutunda kaplama üretildiği gözlemlenmiştir. Kaplamalar Şekil 4.1.' de gösterilmiştir.



Şekil 0.1. BN deney numuneleri.

TVA sistemi ile gerçekleştirilen bor nitrür ince film kaplamanın deney parametreleri Çizelge 4.1. BN deney parametreleri çizelgesinde verilmiştir.

Çizelge 0.1 BN deney parametreleri.

	BN 1. deney	BN 2. deney	BN 3. deney	BN 4. deney	BN 5. deney
<b>Filaman Akımı (A)</b>	20,5	20,5	20,2	20,5	20,5
<b>Filaman Voltajı (V)</b>	20	20	20	19,5	19,5
<b>Hızlandırma Voltajı (V)</b>	85	100	85	150	100
<b>Deşarj Akımı (A)</b>	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
<b>Basınç (torr)</b>	$1,55 \times 10^{-4}$	$1,65 \times 10^{-4}$	$1,43 \times 10^{-4}$	$1,14 \times 10^{-4}$	$8,60 \times 10^{-5}$
<b>Süre</b>	5dk	5dk	5dk	5dk	30sn
<b>Kalınlık (nm)</b>	42	31	29	50	15

## 4.2. Bor Nitrür İnce Film Kaplamaların Test Sonuçları

### 4.2.1. Alüminyum üzerine bor nitrür ince filmlerin test sonuçları

#### 4.2.1.1. XRD analizi

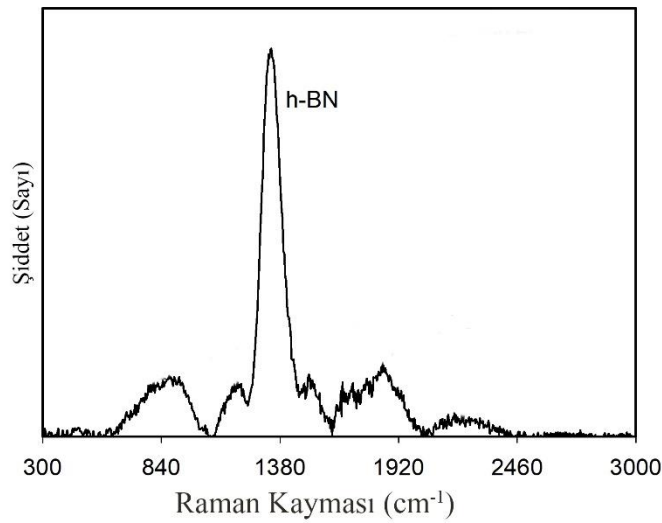
X-ışınımı difraksiyonu (XRD) analizi ile ince filmlerin kristal yapısı incelenmiştir. Analiz için Panalytical EMPYREAN marka XRD cihazı kullanılmıştır. Alüminyum metali üzerinde gerçekleştirilen bor nitrür kaplamalarını XRD çizelgesi incelendiğinde 38,55 (Tang vd., 2002), 44,78 (Kostoglou vd., 2015), 65,24 (Akashi vd., 1986) 2 $\theta$  değerlerinde BN pikleri, 65,24 (Akashi vd., 1986), 78,62 (Son vd., 2011) 2 $\theta$  değerlerinde B<sub>12</sub>N<sub>12</sub> pikleri ve 71,89 (Son vd., 2011), 78,22 (Son vd., 2011), 82,49 (Son vd., 2011) 2 $\theta$  değerlerinde h-BN pikleri gözlemlenmiştir. Çizelge 4.2.' de XRD sonuçları verilmiştir.

**Çizelge 0.2.** Bor nitrür ince filmlerin alüminyum altaş üzerine XRD çizelgesi

BN - Al		
2 $\theta$ (°)	Faz	Miller İndisleri
38,55	BN	(002)
44,78	BN	(101)
65,25	B <sub>12</sub> N <sub>12</sub>	(731)
65,25	BN	(531)
71,89	h-BN	(104)
78,22	h-BN	(110)
78,62	B <sub>12</sub> N <sub>12</sub>	(840)
82,49	h-BN	(105)

#### 4.2.1.2. RAMAN kayması analizi

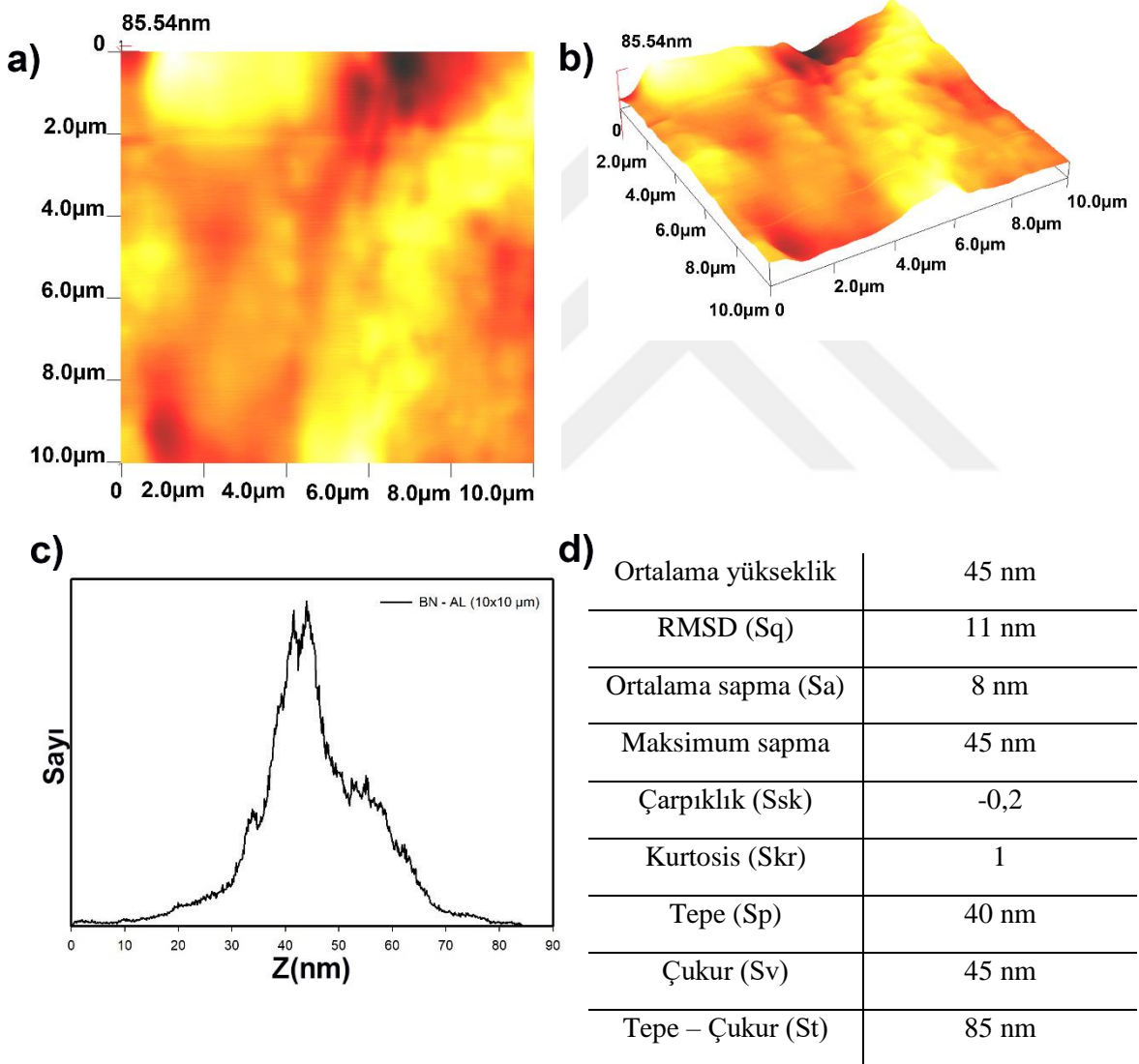
RAMAN kayması analizi, molekül içindeki bağların, bu bağlar üzerine düşürülen ışığı esnek olmayan şekilde saçması yöntemine göre çalışır ve analiz için kullanılan cihaz Renishaw inVia RAMAN Microscope cihazıdır. RAMAN analiz sonuçlarına göre h-BN (E<sub>2g</sub>) piki Şekil 4.2' de verilmiştir (Kim vd., 2012; Reich vd., 2005).



**Şekil 0.2.** Bor nitrür ince filmlerin alüminyum altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları

### 4.2.1.3. AFM

BN kaplamalı yüzeylerde Ambios Q-Scope atomik kuvvet mikroskobu cihazı kullanılarak yüzey ölçümleri alınmıştır.  $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$  alanda gerçekleştirilen ölçümler ile iki ve üç boyutlu görüntüsü elde edilmiştir. Ortalama pürüzlülük/yükseklik (Z) 45 nm olarak belirlenmiştir. Alüminyum alttaş üzerinde gerçekleştirilen BN kaplamaların 2D-3D yüzey görüntüleri, histogram grafiği ve yüzey karakterizasyonu Şekil 4.3' te verilmiştir.



Şekil 0.3. Alüminyum üzerine bor nitrür kaplamanın, **a)** 2D görüntüsü **b)** 3D görüntüsü **c)** Histogram grafiği **d)** Yüzey karakterizasyonu

#### 4.2.1.4. Temas açısı analizi

Temas açısı analizi ile yüzeyin ıslanabilirlik derecesi belirlenir. Bu açının büyüklüğü kohezyon ve adezyon kuvvetlerinin büyüklüğüne bağlı olarak değişmektedirler. Temas açısı testi için kullanılan cihaz “Attension Tensiometer Theta Lite” adındaki cihazdır. Temas açısı analiz sonuçları Çizelge 4.3.’ de ve serbest yüzey enerjisi sonuçları Çizelge 4.4’ de verilmiştir.

**Çizelge 0.3.** Bor nitrür ince filmlerin alüminyum altaş üzerine temas açısı sonuçları

ALÜMİNYUM	KAPLAMASIZ	BN
Su	66,83°	83,46°
Formamide	56,83°	64,83°
Etilen glikol	50,06°	54,63°
Diodametan	49,48°	50,56°

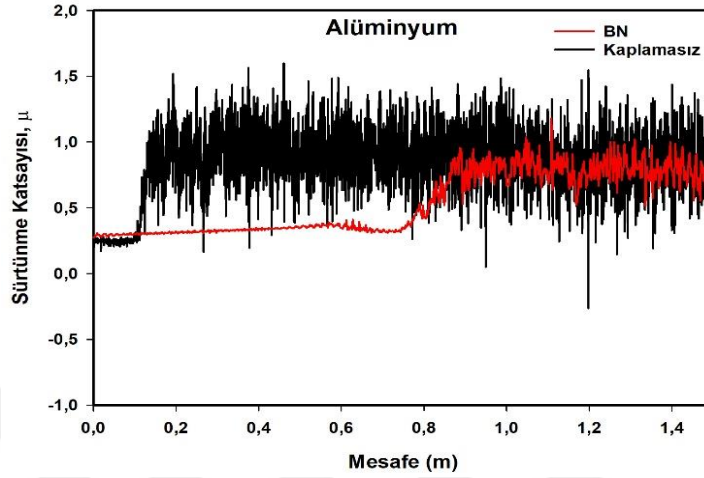
**Çizelge 0.4.** Bor nitrür ince filmlerin alüminyum altaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları

ALÜMİNYUM	KAPLAMASIZ (mN/m)	BN (mN/m)
Acid-Base	35,78	35,43
Equation of State	37,96	33,78
OWRK/Fowkes	39,46	35,42
WU	42,57	38,34
Zisman	15,91	30,19

#### 4.2.1.5. Aşınma testi

Ball-on disk yöntemi ile malzeme yüzeylerinde meydana gelen aşınma ile sürtünen yüzeyden malzeme kaybı belirlenmektedir. Ball-on disk testi için kullanılan cihaz CSM Instrument Tribometer cihazıdır. Testlerde karşı sürtünme elemanı olarak 3 mm boyutunda tungsten karbür (WC) bilye kullanılmıştır. Testler %35 nem oranında 25 °C hava koşullarında, 1 N yük altında 2,49 mm değme çapı ile 2 cm/s hızında gerçekleştirilmiştir.

Şekil 4.4'te alüminyum metali ve onun üzerinde gerçekleştirilen BN kaplamasının ball-on disk sonuçları gösterilmektedir.



Şekil 0.4. Bor nitrür ince filmlerin alüminyum altaş üzerine sürtünme grafiği.

## 4.2.2. Nikel üzerine bor nitrür ince filmlerin test sonuçları

### 4.2.2.1. XRD analizi

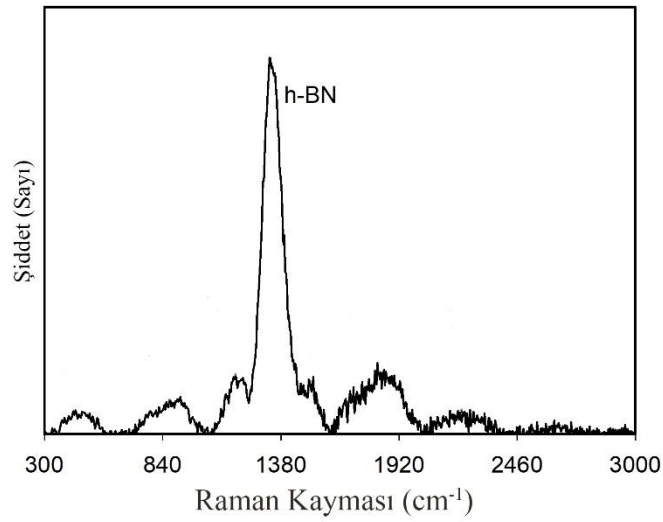
X-Işınımı difraksiyonu (XRD) analizi ile ince filmlerin kristal yapısı incelenmiştir. Analiz için Panalytical EMPYREAN marka XRD cihazı kullanılmıştır. Nikel metali üzerinde gerçekleştirilen bor nitrür kaplamalarını XRD çizelgesi incelendiğinde 51,88 (Zhang vd., 1994), 76,67 (Shen vd., 2015), 89,68 (Ulrich vd., 2006)  $2\theta$  değerlerinde c-BN pikleri ve 51,88 (Zhang vd., 1994)  $2\theta$  değerlerinde  $B_{12}N_{12}$  piki, 44,50 (Huang vd., 2013) ve 76,45 (Shen vd., 2015)  $2\theta$  değerlerinde h-BN pikileri ve 89,40 (Xu vd., 2014)  $2\theta$  değerlerinde w-BN piki gözlemlenmiştir. XRD sonuçları Çizelge 4.5 'te verilmiştir.

**Çizelge 0.5.** Bor nitrür ince filmlerin nikel alttaş üzerine XRD çizelgesi

<b>BN - Ni</b>		
<b>2θ(°)</b>	<b>Faz</b>	<b>Miller İndisleri</b>
44,50	h-BN	(101)
51,88	c-BN	(200)
51,88	B <sub>12</sub> N <sub>12</sub>	(532)
76,45	h-BN	(110)
76,67	c-BN	(220)
89,40	w-BN	(112)
89,68	c-BN	(311)

#### 4.2.2.2. RAMAN kayması analizi

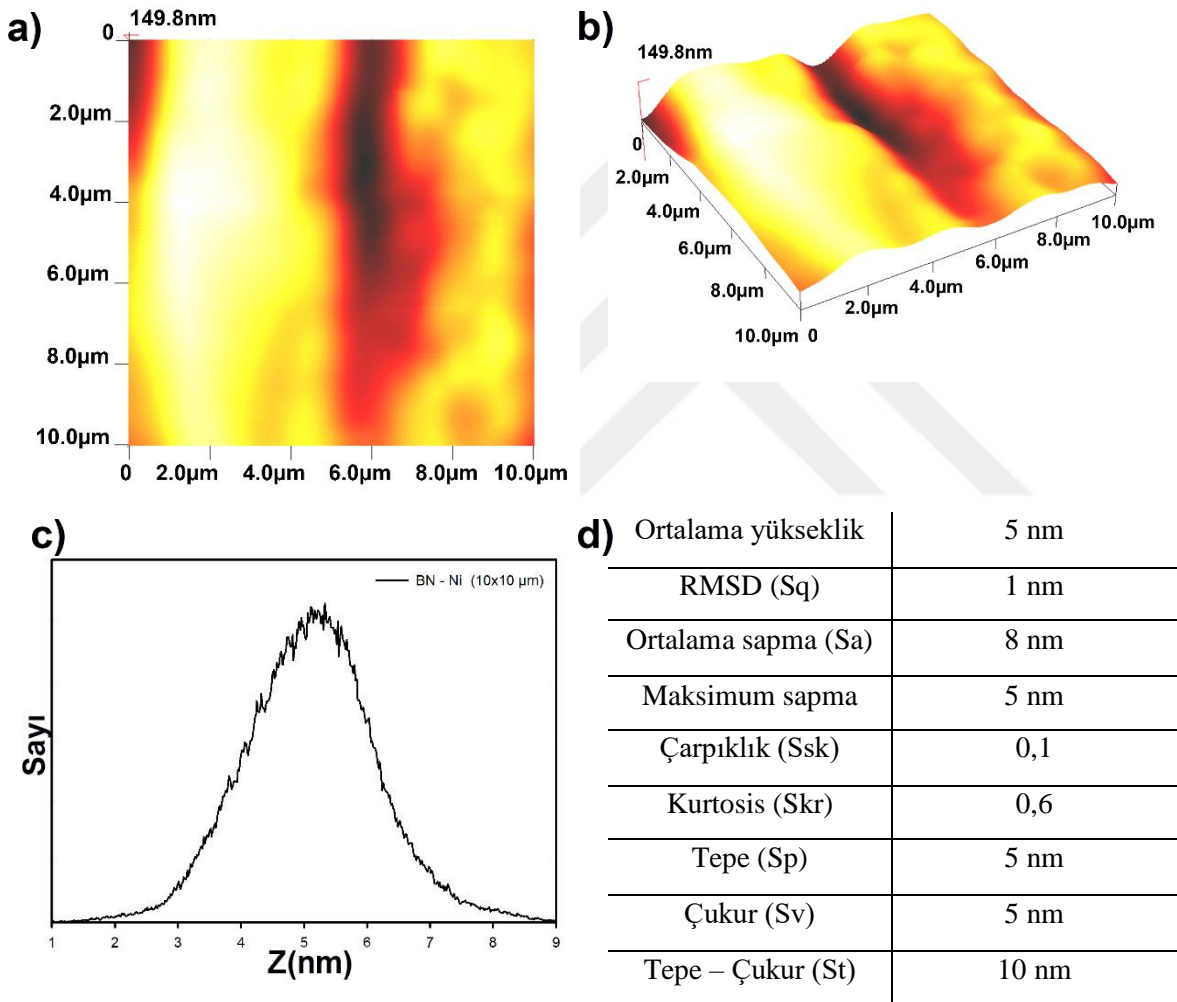
RAMAN kayması analizi, molekül içindeki bağların, bu bağlar üzerine düşürülen ışığı esnek olmayan şekilde saçması yöntemine göre çalışır ve analiz için kullanılan cihaz Renishaw inVia RAMAN Microscope cihazıdır. RAMAN analizi sonuçlarına göre h-BN (E<sub>2g</sub>) piki Şekil 4.5.' te verilmiştir (Kim vd., 2012; Reich vd., 2005).



**Şekil 0.5.** Bor nitrür ince filmlerin nikel alttaş üzerine RAMAN kayması sonuçları.

### 4.2.2.3. AFM

BN kaplamalı yüzeylerde Ambios Q-Scope atomik kuvvet mikroskobu cihazı kullanılarak yüzey ölçümleri alınmıştır.  $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$  alanda gerçekleştirilen ölçümler ile iki ve üç boyutlu görüntüsü elde edilmiştir. Ortalama pürüzlülük/yükseklik (Z) 5 nm olarak belirlenmiştir. Nikel alttaş üzerinde gerçekleştirilen BN kaplamaların 2D-3D yüzey görüntüleri, histogram grafiği ve yüzey karakterizasyonu Şekil 4.6.' da verilmiştir.



Şekil 0.6. Nikel üzerine bor nitrür kaplamının, **a)** 2D görüntüsü **b)** 3D görüntüsü **c)** Histogram grafiği **d)** Yüzey karakterizasyonu

#### 4.2.2.4. Temas açısı analizi

Temas açısı ölçümü ile yüzeyin ıslanabilirlik derecesi belirlenir. Bu açının büyüklüğü kohezyon ve adezyon kuvvetlerinin büyüklüğüne bağlı olarak değişmektedirler. Temas açısı testi için kullanılan cihaz Attension Tensiometer Theta Lite cihazıdır. Temas açısı test sonuçları Çizelge 4.6' da ve serbest yüzey enerjisi sonuçları Çizelge 4.7'de verilmiştir.

**Çizelge 0.6.** Bor nitrür ince filmlerin nikel alttaş üzerine temas açısı sonuçları

<b>NİKEL</b>	<b>KAPLAMASIZ</b>	<b>BN</b>
<b>Su</b>	67,34°	78,38°
<b>Formamide</b>	49,75°	65,95°
<b>Etilen glikol</b>	32,81°	62,6°
<b>Diodametan</b>	48,9°	46,75°

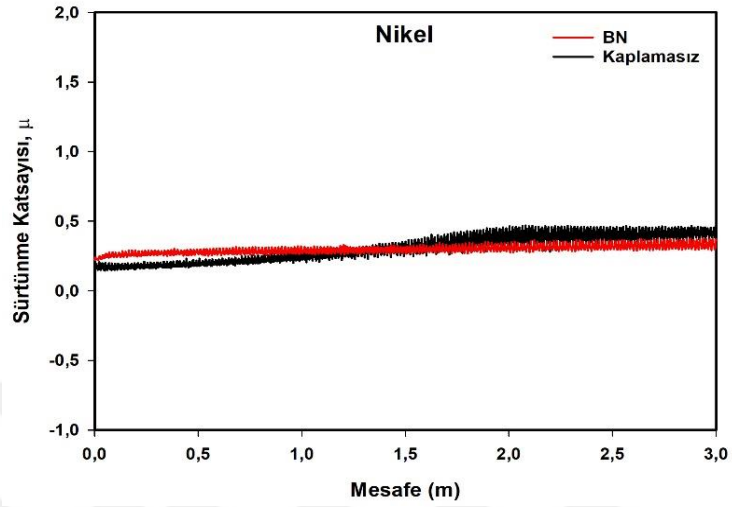
**Çizelge 0.7** Bor nitrür ince filmlerin nikel alttaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları

<b>NİKEL</b>	<b>KAPLAMASIZ (mN/m)</b>	<b>BN (mN/m)</b>
<b>Acid-Base</b>	41,83	32,95
<b>Equation of State</b>	40,75	33,73
<b>OWRK/Fowkes</b>	42,87	35,46
<b>WU</b>	45,75	38,54
<b>Zisman</b>	34,45	19,7

#### 4.2.2.5. Aşınma testi

Ball-on disk yöntemi ile malzeme yüzeylerinde meydana gelen aşınma ile sürtünen yüzeyden malzeme kaybı belirlenmektedir. Ball-on disk testi için kullanılan cihaz CSM Instrument Tribometer cihazıdır. Testlerde karşı sürtünme elemanı olarak 3 mm boyutunda tungsten karbür (WC) bilye kullanılmıştır. Testler %35 nem oranında 25 °C hava koşullarında, 1 N yük altında 2,49 mm değme çapı ile 2 cm/s hızında gerçekleştirilmiştir.

Şekil 4.7.' de nikel metalinin ve metalin üzerinde üretilen BN ince filmin ball-on disk yöntemi ile sürtünme katsayısı sonuçları gösterilmiştir.



Şekil 0.7. Bor nitrür ince filmlerin nikel alttaş üzerine sürtünme grafiği

### 4.2.3. Paslanmaz çelik üzerine bor nitrür ince filmlerin test sonuçları

#### 4.2.3.1. XRD analizi

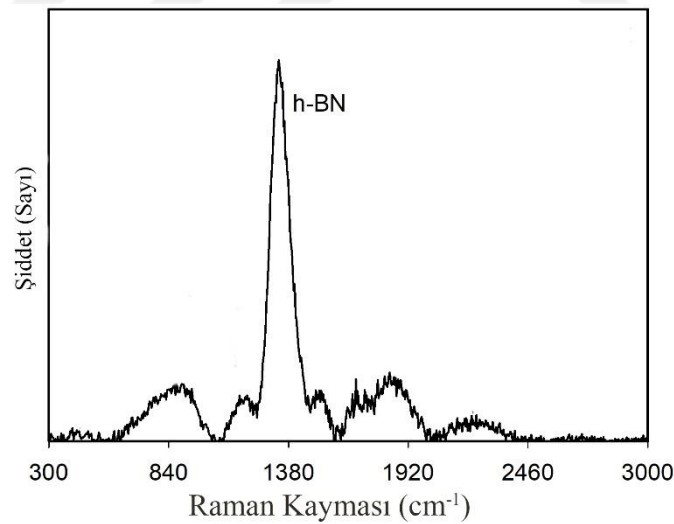
X-Işınımı difraksiyonu (XRD) analizi ile ince filmlerin kristal yapısı incelenmiştir. Analiz için Panalytical EMPYREAN marka XRD cihazı kullanılmıştır. Paslanmaz çelik üzerinde gerçekleştirilen bor nitrür kaplamalarını XRD çizelgesi incelendiğinde 43,64 (Zhang vd., 1994) , 50,95 (Zhang vd., 1994) , 2θ değerlerinde c-BN pikleri, 50,95 (Trivedi ve Nayak, 2015), 81,93 (Son vd., 2011) 2θ değerlerinde h-BN pikleri ve 82,18 2θ değerinde B<sub>12</sub>N<sub>12</sub> piki gözlemlenmiştir. XRD sonuçları Çizelge 4.8.' de verilmiştir.

**Çizelge 0.8.** Bor nitrür ince filmlerin paslanmaz çelik alttaş üzerine XRD çizelgesi.

BN - Pas. Ç		
2θ	Faz	Miller İndisleri
43,64	c-BN	(111)
50,95	c-BN	(200)
50,95	h-BN	(102)
81,93	h-BN	(105)
82,18	B <sub>12</sub> N <sub>12</sub>	(921)

#### 4.2.3.2. RAMAN kayması analizi

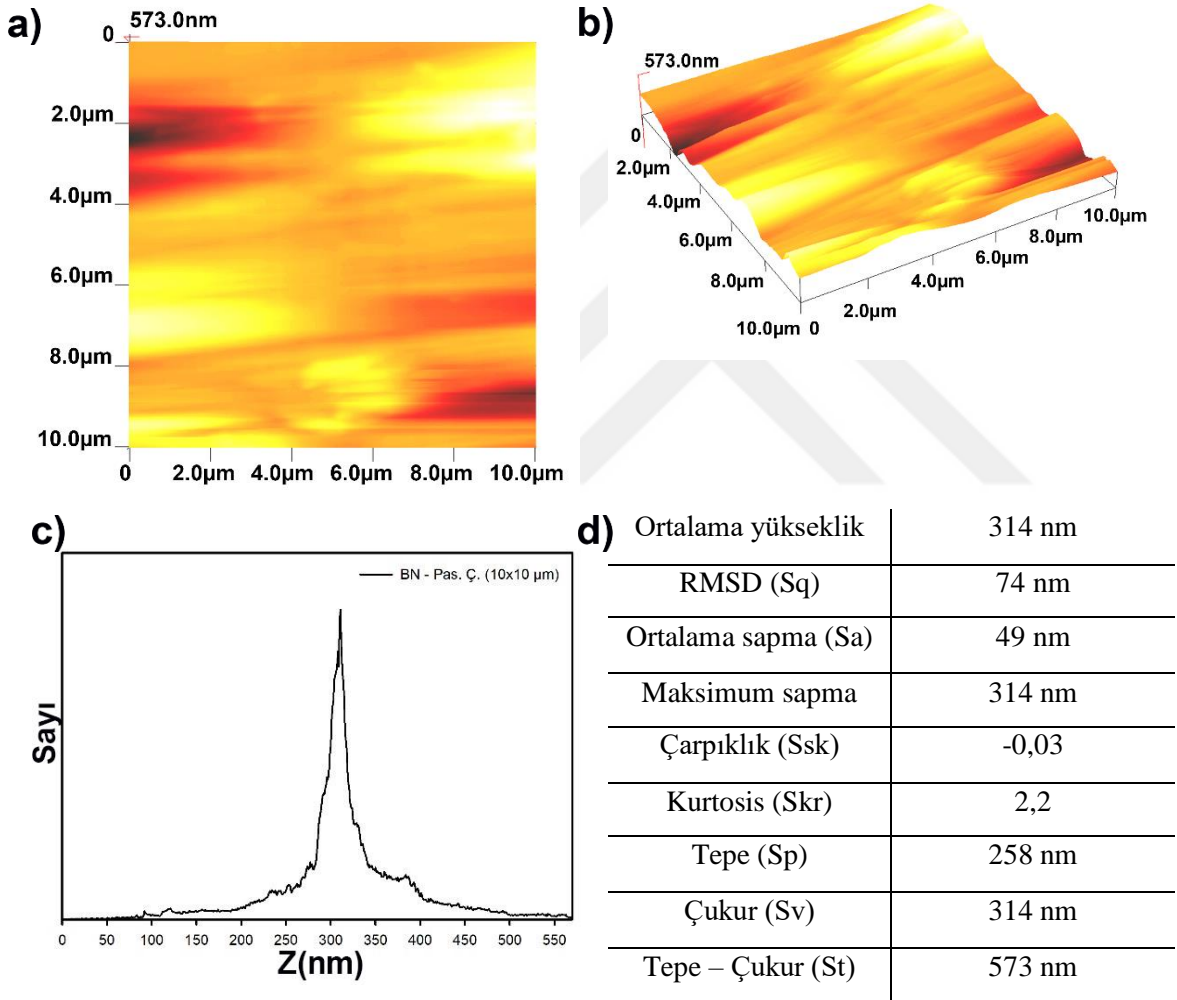
RAMAN kayması analizi, molekül içindeki bağların, bu bağlar üzerine düşürülen ışığı esnek olmayan şekilde saçması yöntemine göre çalışır ve analiz için kullanılan cihaz Renishaw inVia RAMAN Microscope cihazıdır. RAMAN analizi sonuçlarına göre h-BN (E<sub>2g</sub>) piki Şekil 4.8.' de verilmiştir (Kim vd., 2012; Reich vd., 2005).



**Şekil 0.8.** Bor nitrür ince filmlerin paslanmaz çelik alttaş üzerine RAMAN kayması sonuçları.

### 4.2.3.3. AFM

BN kaplamalı yüzeylerde Ambios Q-Scope atomik kuvvet mikroskobu cihazı kullanılarak yüzey ölçümleri alınmıştır.  $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$  alanda gerçekleştirilen ölçümler ile iki ve üç boyutlu görüntüsü elde edilmiştir. Ortalama pürüzlülük/yükseklik (Z) 314 nm olarak belirlenmiştir. Paslanmaz çelik alttaş üzerinde gerçekleştirilen BN kaplamaların 2D-3D yüzey görüntüleri, histogram grafiği ve yüzey karakterizasyonu Şekil 4.9' da verilmiştir.



**Şekil 0.9.** Paslanmaz çelik üzerine bor nitür kaplamının, **a)** 2D görüntüsü **b)** 3D görüntüsü **c)** Histogram grafiği **d)** Yüzey karakterizasyonu

#### 4.2.3.4. Temas açısı analizi

Temas açısı ölçümü ile yüzeyin ıslanabilirlik derecesi belirlenir. Bu açının büyüklüğü kohezyon ve adezyon kuvvetlerinin büyüklüğüne bağlı olarak değişmektedirler. Temas açısı testi için kullanılan cihaz Attension Tensiometer Theta Lite cihazıdır. Temas açısı analiz sonuçları Çizelge 4.9' da ve serbest yüzey enerjisi sonuçları Çizelge 4.10' da verilmiştir.

**Çizelge 0.9.** Bor nitrür ince filmlerin paslanmaz çelik alttaş üzerine temas açısı sonuçları

PASLANMAZ ÇELİK	KAPLAMASIZ	BN
<b>Su</b>	76,07°	108°
<b>Formamide</b>	41,57°	71,85°
<b>Etilen glikol</b>	41,21°	60,55°
<b>Diodametan</b>	60,35°	48,48°

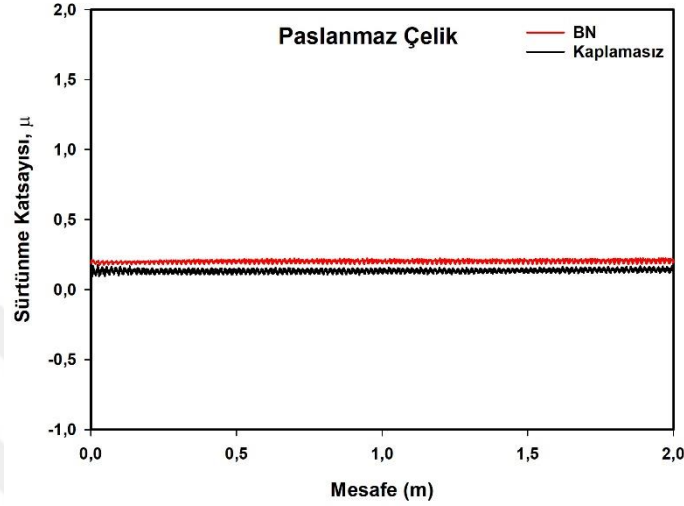
**Çizelge 0.10.** Bor nitrür ince filmlerin paslanmaz çelik alttaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları

PASLANMAZ ÇELİK	KAPLAMASIZ (mN/m)	BN (mN/m)
<b>Acid-Base</b>	36,28	33,5
<b>Equation of State</b>	38,03	29,15
<b>OWRK/Fowkes</b>	39,21	37,58
<b>WU</b>	42,47	36,97
<b>Zisman</b>	31,03	38,06

#### 4.2.3.5. Aşınma testi

Ball-on disk yöntemi ile malzeme yüzeylerinde meydana gelen aşınma ile sürtünen yüzeyden malzeme kaybı belirlenmektedir. Ball-on disk testi için kullanılan cihaz CSM Instrument Tribometer cihazıdır. Testlerde karşı sürtünme elemanı olarak 3 mm boyutunda tungsten karbür (WC) bilye kullanılmıştır.

Testler %35 nem oranında 25 °C hava koşullarında, 1 N yük altında 2,49 mm değme çapı ile 2 cm/s hızında gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.10' da paslanmaz çeliğin ve paslanmaz çelik üzerinde oluşturulan BN ince filmin sürtünme katsayısı gösterilmiştir.



Şekil 0.10. Bor nitrür ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerine sürtünme grafiği.

#### 4.2.4. Titanyum üzerine bor nitrür ince filmlerin test sonuçları

##### 4.2.4.1. XRD analizi

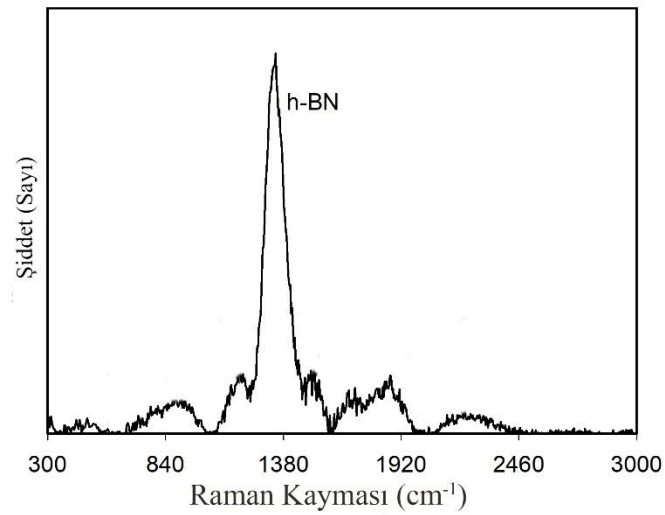
X-ışınımı difraksiyonu (XRD) analizi ile ince filmlerin kristal yapısı incelenmiştir. Analiz için Panalytical EMPYREAN marka XRD cihazı kullanılmıştır. Titanyum üzerinde gerçekleştirilen bor nitrür kaplamalarını XRD çizelgesi incelendiğinde 35,97, 39,15, 70,62, 2θ değerlerinde  $B_{12}N_{12}$  pikleri, 38,60 (Tang vd., 2002), 40,01, 2θ değerinde BN piki ve 52,94 (Gasgnier vd., 2000), 53,08 (Dibandjo vd., 2007), 76,13 (Shen vd., 2015) 2θ değerlerinde h-BN pikleri gözlemlenmiştir. XRD sonuçları Çizelge 4.11.'de gösterilmiştir.

**Çizelge 0.11.** Bor nitrür ince filmlerin titanyum alttaş üzerine XRD çizelgesi

BN - Ti		
2θ	Faz	Miller İndisleri
35,97	B <sub>12</sub> N <sub>12</sub>	(331)
38,59	BN	(002)
39,16	B <sub>12</sub> N <sub>12</sub>	(421)
40,02	BN	(002)
52,94	h-BN	(211)
53,08	h-BN	(004)
70,62	B <sub>12</sub> N <sub>12</sub>	(733)
76,13	h-BN	(110)

#### 4.2.4.2. RAMAN kayması analizi

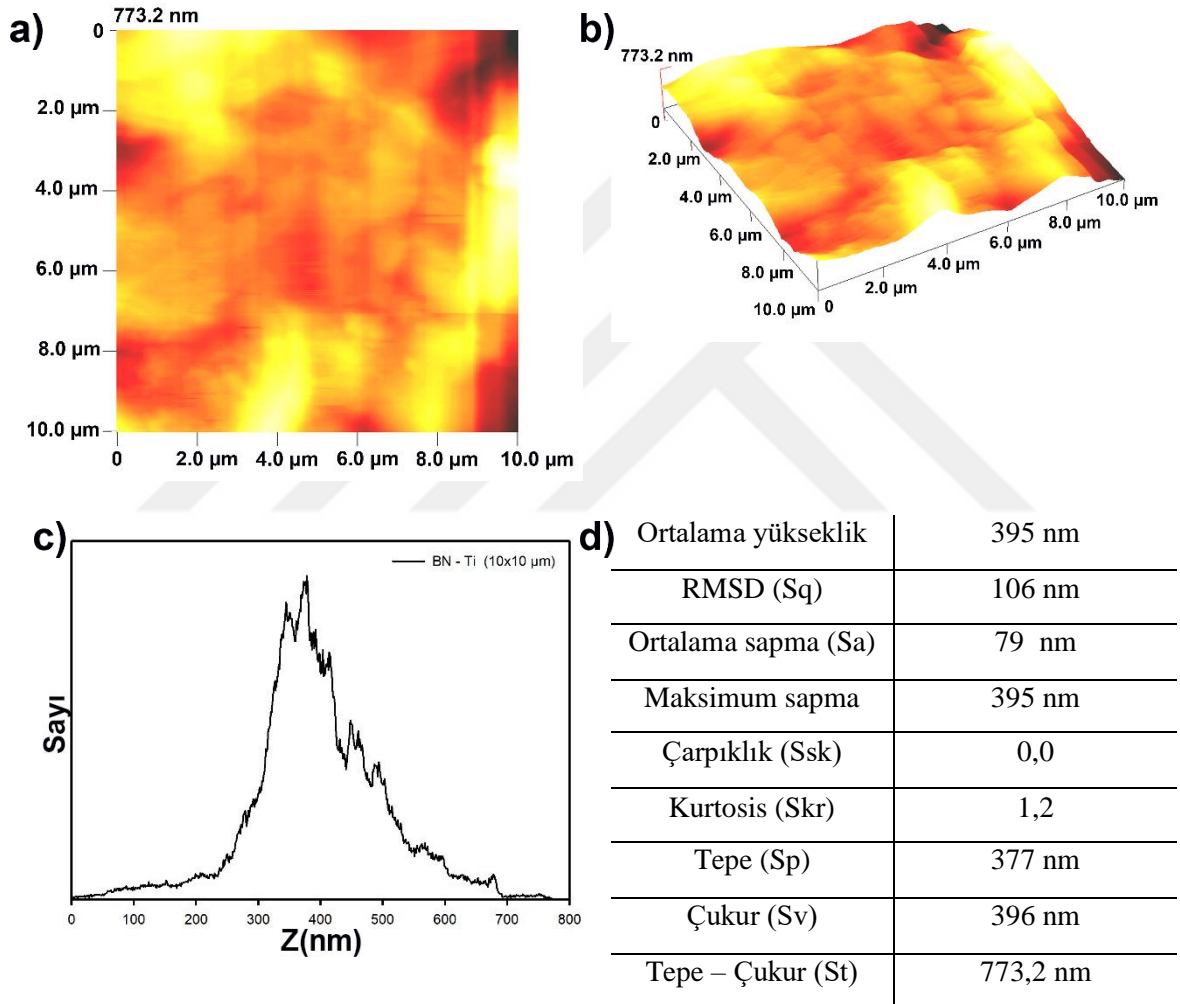
RAMAN kayması analizi, molekül içindeki bağların, bu bağlar üzerine düşürülen ışığı esnek olmayan şekilde saçması yöntemine göre çalışır ve analiz için kullanılan cihaz Renishaw inVia RAMAN Microscope cihazıdır. RAMAN analiz sonuçlarına göre h-BN (E<sub>2g</sub>) piki Şekil 4.11.' de verilmiştir. (Kim vd., 2012; Reich vd., 2005)



**Şekil 0.11.** Bor nitrür ince filmlerin titanyum alttaş üzerine RAMAN kayması sonuçları

#### 4.2.4.3. AFM

BN kaplamalı yüzeylerde Ambios Q-Scope atomik kuvvet mikroskobu cihazı kullanılarak yüzey ölçümleri alınmıştır.  $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$  alanda gerçekleştirilen ölçümler ile iki ve üç boyutlu görüntüsü elde edilmiştir. Ortalama pürüzlülük/yükseklik (Z) 396 nm olarak belirlenmiştir. Titanyum alttaş üzerinde gerçekleştirilen BN kaplamaların 2D-3D yüzey görüntüleri, histogram grafiği ve yüzey karakterizasyonu Şekil 4.12’ de verilmiştir.



**Şekil 0.12.** Titanyum üzerine bor nitrür kaplamanın, **a)** 2D görüntüsü **b)** 3D görüntüsü **c)** Histogram grafiği **d)** Yüzey karakterizasyonu

#### 4.2.4.4. Temas açısı analizi

Temas açısı analizi ile yüzeyin ıslanabilirlik derecesi belirlenir. Bu açının büyüklüğü kohezyon ve adezyon kuvvetlerinin büyüklüğüne bağlı olarak değişmektedirler. Temas açısı testi için kullanılan cihaz Attension Tensiometer Theta Lite cihazıdır. Temas açısı analiz sonuçları Çizelge 4.12.' de ve serbest yüzey enerjisi sonuçları Çizelge 4.13' te verilmiştir.

**Çizelge 0.12.** Bor nitrür ince filmlerin titanyum alttaş üzerine temas açısı sonuçları.

TİTANYUM	KAPLAMASIZ	BN
Su	12,23°	76,71°
Formamide	39,56°	53,93°
Etilen glikol	40,41°	53,6°
Diodametan	49,41°	41,37°

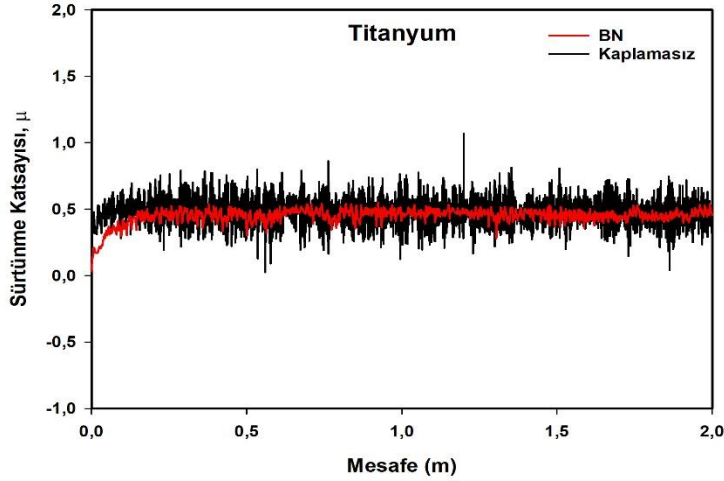
**Çizelge 0.13.** Bor nitrür ince filmlerin titanyum alttaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları

TİTANYUM	KAPLAMASIZ (mN/m)	BN (mN/m)
Acid-Base	29,61	40,35
Equation of State	47,97	37,36
OWRK/Fowkes	56,76	40,66
WU	63,28	43,37
Zisman	76,49	31,83

#### 4.2.4.5. Aşınma testi

Ball-on disk yöntemi ile malzeme yüzeylerinde meydana gelen aşınma ile sürtünen yüzeyden malzeme kaybı belirlenmektedir. Ball-on disk testi için kullanılan cihaz CSM Instrument Tribometer cihazıdır. Sürtünme testi sonuçları Şekil 4.17.'de verilmiştir. Testlerde karşı sürtünme elemanı olarak 3 mm boyutunda tungsten karbür (WC) bilye kullanılmıştır.

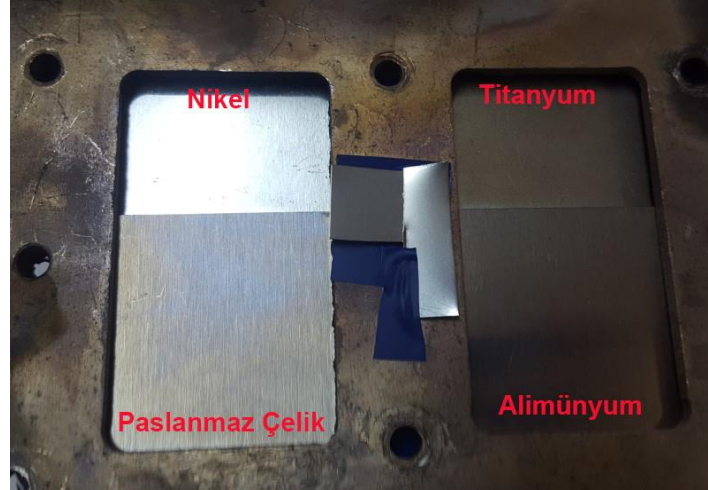
Testler %35 nem oranında 25 °C hava koşullarında, 1 N yük altında 2,49 mm değme çapı ile 2 cm/s hızında gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.13' te titanyum ve titanyum üzerinde oluşturulan BN ince filmin sürtünme katsayısı değerleri verilmiştir.



Şekil 0.13. Bor nitrür ince filmlerin titanyum altaş üzerine sürtünme grafiği

#### 4.3. Molibden Disülfid İnce Filmlerin TVA Tekniği ile Üretilmesi

Bu çalışmada termiyonik vakum ark sistemi kullanılarak alüminyum, titanyum, nikel ve paslanmaz çelik üzerine molibden disülfid ince film kaplaması gerçekleştirilmiştir. İnce film kaplaması için kullanılan molibden disülfid 99,95+% saflıkta ve 100 nm boyutunda olup, pota olarak ise molibden pota kullanılmıştır. Molibden disülfid ince film kalınlığını anlak olarak vakum odası içerisinde bulunan Cressington MTM10 cihazı ile yaklaşık olarak 1,4 – 1,45 µm boyutunda olduğu belirlenmiştir. Deney parametreleri Çizelge 4.14'de verilmiştir. Molibden disülfid ince film ile kaplanan alüminyum yüzeyin özelliklerini incelemek için XRD, RAMAN kayması analizi, temas açısı, sürtünme testleri yapılmıştır. Kaplama görüntüleri Şekil 4.14.' te gösterilmiştir.



Şekil 0.14. MoS<sub>2</sub> deney numuneleri

Çizelge 0.14. Termiyonik vakum ark sistemi ile gerçekleştirilen molibden disülfid ince film kaplamanın deney parametreleri

	MoS <sub>2</sub> 1. deney	MoS <sub>2</sub> 2. deney	MoS <sub>2</sub> 3. deney	MoS <sub>2</sub> 4. deney
Filaman Akımı(A)	18	18,5	18,5-19,2	18,5
Filaman Voltajı(V)	17	16,5	18	18
Hızlandırma Voltajı(V)	50-0	125-25	175-25	250-50
Deşarj Akımı(A)	0,3	0,3	0,4	0,4
Basınç (torr)	5x10 <sup>-4</sup>	4x10 <sup>-4</sup>	4,57x10 <sup>-4</sup>	4x10 <sup>-4</sup>
Süre	2,5dk	2dk	2,5dk	30sn
Kalınlık (nm)	55	600	120	24

	MoS <sub>2</sub> 5. deney	MoS <sub>2</sub> 6. deney	MoS <sub>2</sub> 7. deney	MoS <sub>2</sub> 8. deney	MoS <sub>2</sub> 9. deney
Filaman Akımı(A)	18,5	18,5	18,5	18,3	18,5
Filaman Voltajı(V)	18	18	18	18	18,5
Hızlandırma Voltajı(V)	200-0	225-25	300-50	150-50	150-50
Deşarj Akımı(A)	0,4	0,4	0,5	0,1 – 0,3	0,35
Basınç (torr)	4x10 <sup>-4</sup>	3,18x10 <sup>-4</sup>	3,98x10 <sup>-4</sup>	3,83x10 <sup>-4</sup>	3x10 <sup>-4</sup>
Süre	1,5dk	1,5dk	2dk	3dk	2dk
Kalınlık (nm)	98	185	96	43	200

#### 4.4. Molibden Disülfit İnce Film Kaplamaların Test Sonuçları

##### 4.4.1. Alüminyum üzerine molibden disülfit ince filmlerin test sonuçları

###### 4.4.1.1. XRD analizi

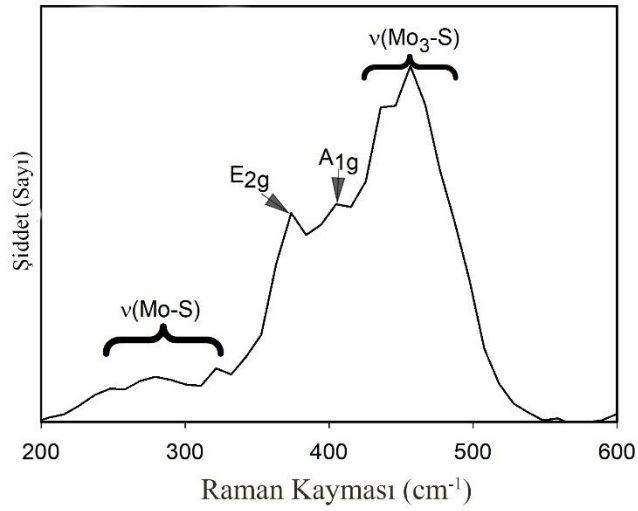
X-Işınımı difraksiyonu (XRD) analizi ile ince filmlerin kristal yapısı incelenmiştir. Analiz için Panalytical EMPYREAN marka XRD cihazı kullanılmıştır. Alüminyum üzerinde gerçekleştirilen Molibden Disülfit kaplamalarını XRD çizelgesi incelendiğinde 38,71 (Gao ve Zhang, 2014), 44,82 (Ibrahim vd., 2013), 65,23 (Hussain vd., 2018), 78,33 (Hussain vd., 2018)  $2\theta$  değerlerinde MoS<sub>2</sub> pikleri gözlemlenmiştir. XRD sonuçları Çizelge 4.15' te verilmiştir.

**Çizelge 0.15.** Molibden disülfit ince filmlerin alüminyum alttaş üzerine XRD çizelgesi.

MoS <sub>2</sub> - Al		
2 $\theta$ (°)	Faz	Miller İndisleri
38,71	MoS <sub>2</sub>	(103)
44,82	MoS <sub>2</sub>	(104)
65,23	MoS <sub>2</sub>	(114)
78,33	MoS <sub>2</sub>	(109)

###### 4.4.1.2. RAMAN kayması analizi

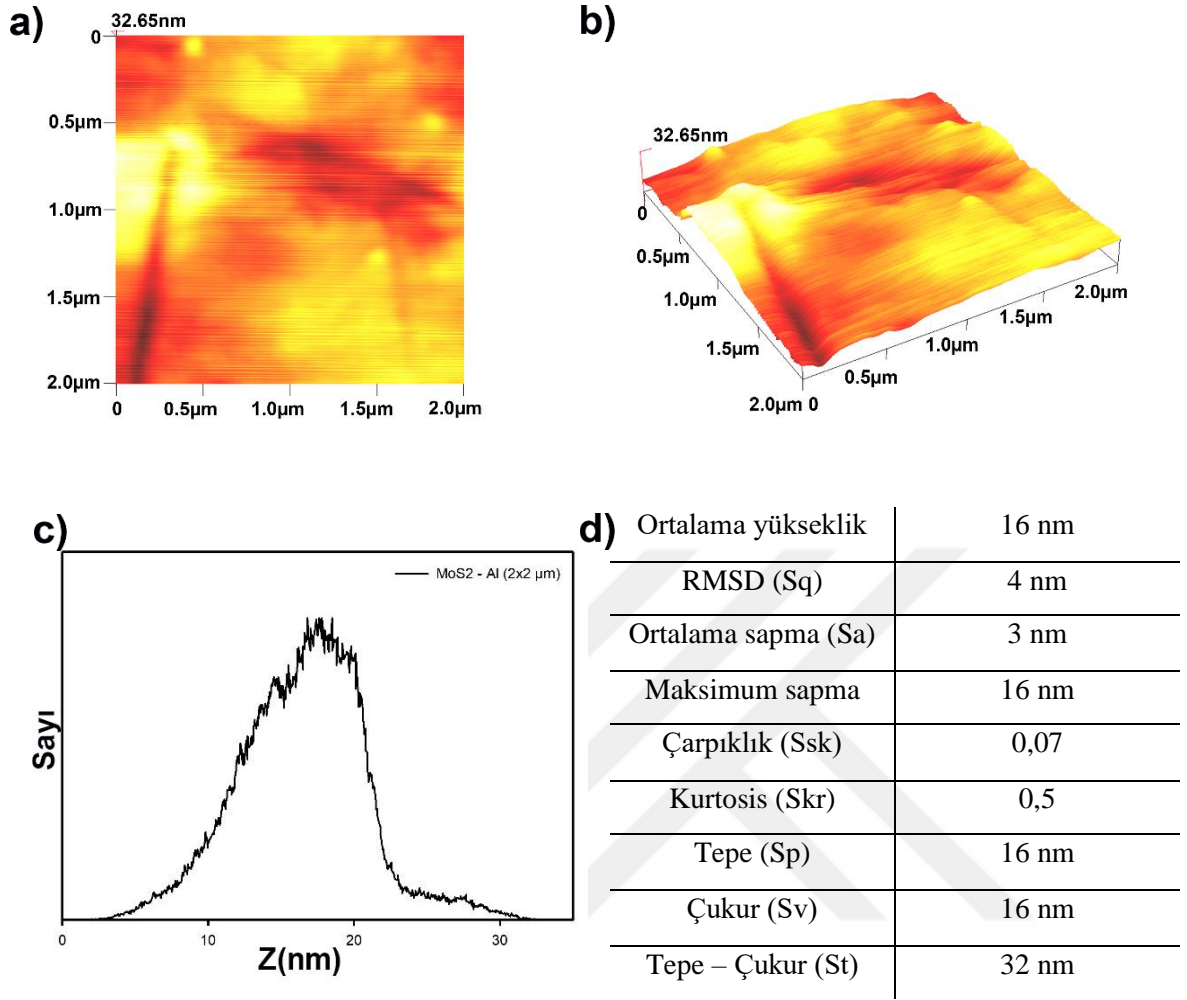
RAMAN kayması analizi, molekül içindeki bağların, bu bağlar üzerine düşürülen ışığı esnek olmayan şekilde saçması yöntemine göre çalışır ve analiz için kullanılan cihaz Renishaw inVia RAMAN Microscope cihazıdır. RAMAN analiz sonuçlarına göre A<sub>1g</sub> ve E<sub>2g</sub> pikleri Şekil 4.15.'te verilmiştir.



**Şekil 0.15.** Molibden disülfid ince filmlerin alüminyum alttaş üzerine RAMAN kayması sonuçları

#### 4.4.1.3. AFM

MoS<sub>2</sub> kaplamalı yüzeylerde Ambios Q-Scope atomik kuvvet mikroskobu cihazı kullanılarak yüzey ölçümleri alınmıştır. 2 µm x 2 µm alanda gerçekleştirilen ölçümler ile iki ve üç boyutlu görüntüsü elde edilmiştir. Ortalama pürüzlülük/yükseklik (Z) 16 nm olarak belirlenmiştir. Alüminyum alttaş üzerinde gerçekleştirilen MoS<sub>2</sub> kaplamaların 2D-3D yüzey görüntüleri, histogram grafiği ve yüzey karakterizasyonu Şekil 4.16' da verilmiştir.



**Şekil 0.16.** Alüminyum üzerine molibden disülfid kaplamanın, **a)** 2D görüntüsü **b)** 3D görüntüsü **c)** Histogram grafiği **d)** Yüzey karakterizasyonu

#### 4.4.1.4. Temas açısı analizi

Temas açısı ölçümü ile yüzeyin ıslanabilirlik derecesi belirlenir. Bu açının büyüklüğü kohezyon ve adezyon kuvvetlerinin büyüklüğüne bağlı olarak değişmektedirler. Temas açısı testi için kullanılan cihaz Attension Tensiometer Theta Lite cihazıdır. Temas açısı test sonuçları Çizelge 4.16.'da ve serbest yüzey enerjisi sonuçları Çizelge 4.17' de verilmiştir.

**Çizelge 0.16.** Molibden disülfid ince filmlerin alüminyum alttaş üzerine temas açısı sonuçları

ALÜMİNYUM	KAPLAMASIZ	MoS <sub>2</sub>
Su	66,83°	100,46°
Formamide	56,83°	75,36°
Etilen glikol	50,06°	75,37°
Diodametan	49,48°	49,1°

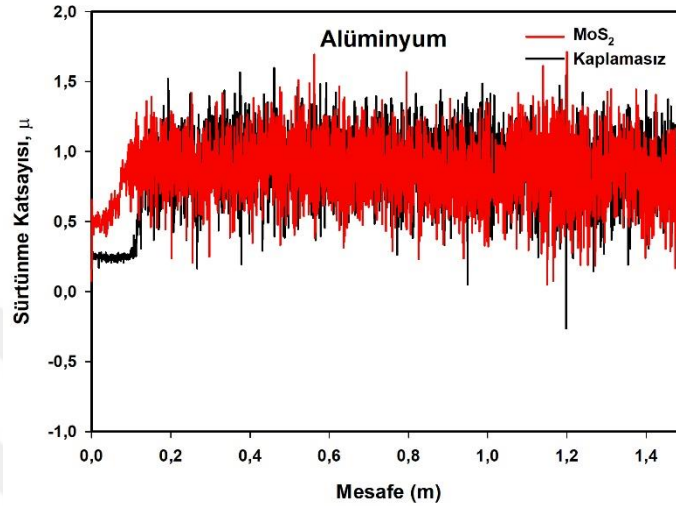
**Çizelge 0.17.** Molibden disülfid ince filmlerin alüminyum alttaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları

ALÜMİNYUM	KAPLAMASIZ (mN/m)	MoS <sub>2</sub> (mN/m)
Acid-Base	35,78	34,13
Equation of State	37,96	27,54
OWRK/Fowkes	39,46	33,31
WU	42,57	35,08
Zisman	15,91	27,52

#### 4.4.1.5. Aşınma testi

Ball-on disk yöntemi ile malzeme yüzeylerinde meydana gelen aşınma ile sürtünen yüzeyden malzeme kaybı belirlenmektedir. Ball-on disk testi için kullanılan cihaz CSM Instrument Tribometer cihazıdır. Testlerde karşı sürtünme elemanı olarak 3 mm boyutunda tungsten karbür (WC) bilye kullanılmıştır.

Testler %35 nem oranında 25 °C hava koşullarında, 1 N yük altında 2,49 mm değme çapı ile 2 cm/s hızında gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.17’de alüminyum metali üzerinde molibden disülfid kaplamasının sürtünme katsayısı grafiği verilmiştir.



Şekil 0.17. Molibden disülfid ince filmlerin alüminyum altaş üzerine sürtünme grafiği.

#### 4.4.2. Nikel üzerine molibden disülfid ince filmlerin test sonuçları

##### 4.4.2.1. XRD analizi

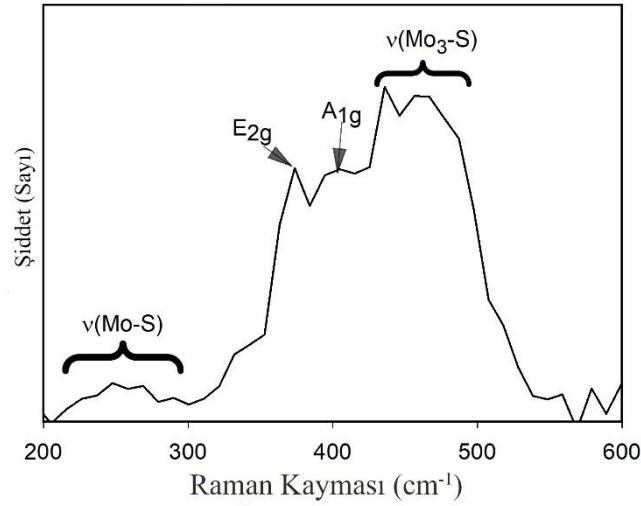
X-Işınımı difraksiyonu (XRD) analizi ile ince filmlerin kristal yapısı incelenmiştir. Analiz için Panalytical EMPYREAN marka XRD cihazı kullanılmıştır. Nikel üzerinde gerçekleştirilen molibden disülfid kaplamalarını XRD çizelgesi incelendiğinde 44,63 (Musaoğlu vd., 2018)  $2\theta$  değerinde  $\text{Mo}_{15}\text{S}_{19}$  piki, 51,97 (Hussain vd., 2018)  $2\theta$  değerinde piki gözlemlenmiştir. XRD testi sonuçları Çizelge 4.18.’ de verilmiştir.

Çizelge 0.18. Molibden disülfid ince filmlerin nikel altaş üzerine XRD çizelgesi.

MoS <sub>2</sub> - Ni		
2θ	Faz	Miller İndisleri
44,63	Mo <sub>15</sub> S <sub>19</sub>	(036)
51,97	MoS <sub>2</sub>	(105)

#### 4.4.2.2. RAMAN kayması analizi

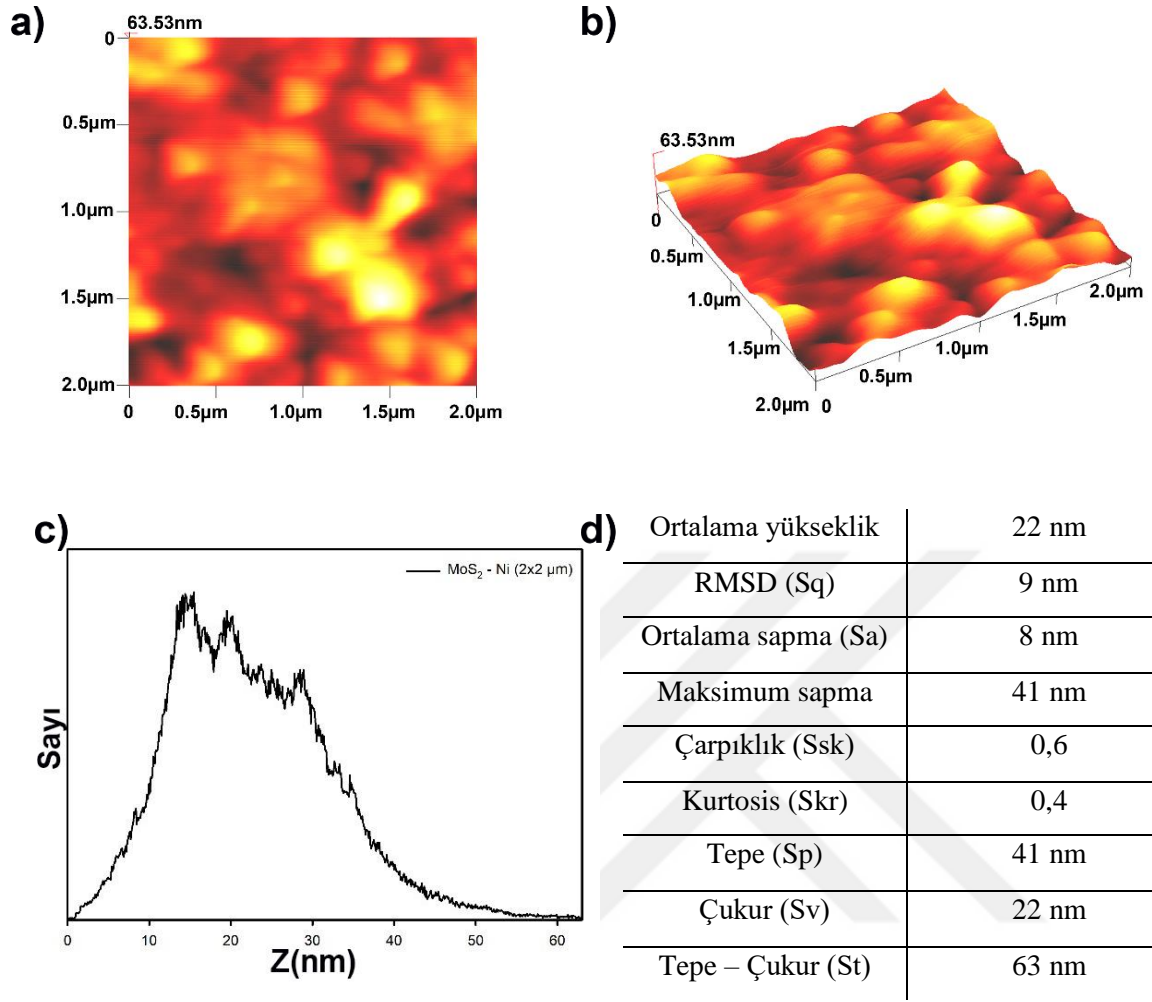
RAMAN spektroskopisi, molekül içindeki bağların, bu bağlar üzerine düşürülen ışığı esnek olmayan şekilde saçması yöntemine göre çalışır ve analiz için kullanılan cihaz Renishaw inVia RAMAN Microscope cihazıdır. RAMAN analiz sonuçlarına göre  $A_{1g}$  ve  $E_{2g}$  pikleri Şekil 4.18’ de verilmiştir



Şekil 0.18. Molibden disülfid ince filmlerin nikel altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları.

#### 4.4.2.3. AFM

$MoS_2$  kaplamalı yüzeylerde Ambios Q-Scope atomik kuvvet mikroskobu cihazı kullanılarak yüzey ölçümleri alınmıştır.  $2 \mu m \times 2 \mu m$  alanda gerçekleştirilen ölçümler ile iki ve üç boyutlu görüntüsü elde edilmiştir. Ortalama pürüzlülük/yükseklik (Z) 22 nm olarak belirlenmiştir. Nikel altaş üzerinde gerçekleştirilen  $MoS_2$  kaplamaların 2D-3D yüzey görüntüleri, histogram grafiği ve yüzey karakterizasyonu Şekil 4.19’ da verilmiştir.



**Şekil 0.19.** Nikel üzerine molibden disülfid kaplamının, **a)** 2D görüntüsü **b)** 3D görüntüsü **c)** Histogram grafiği **d)** Yüzey karakterizasyonu

#### 4.4.2.4. Temas açısı analizi

Temas açısı analizi ile yüzeyin ıslanabilirlik derecesi belirlenir. Bu açının büyüklüğü kohezyon ve adezyon kuvvetlerinin büyüklüğüne bağlı olarak değişmektedirler. Temas açısı testi için kullanılan cihaz Attension Tensiometer Theta Lite cihazıdır. Temas açısı test sonuçları Çizelge 4.19.' da ve serbest yüzey enerjisi sonuçları Çizelge 4.20' de verilmiştir.

**Çizelge 0.19.** Molibden disülfid ince filmlerin nikel alttaş üzerine temas açısı sonuçları

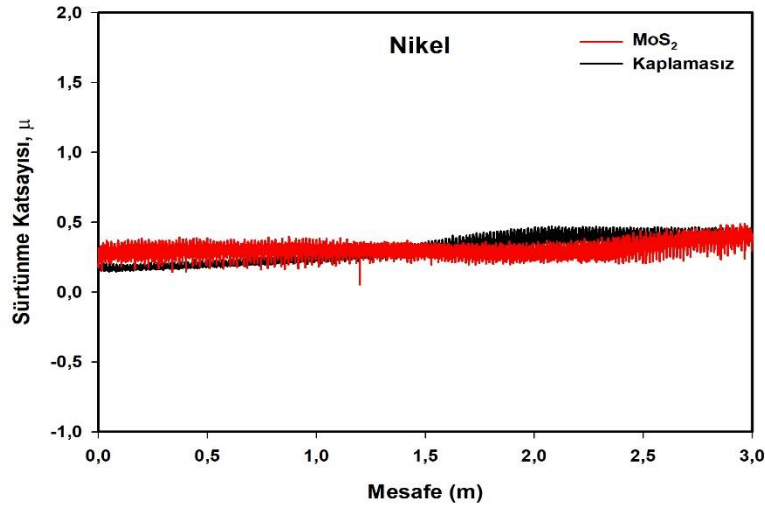
<b>NİKEL</b>	<b>KAPLAMASIZ</b>	<b>MoS<sub>2</sub></b>
<b>Su</b>	67,34°	91,57°
<b>Formamide</b>	49,75°	36,8°
<b>Etilen glikol</b>	32,81°	67,62°
<b>Diodametan</b>	48,9°	50,75°

**Çizelge 0.20.** Molibden disülfid ince filmlerin nikel alttaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları

<b>NİKEL</b>	<b>KAPLAMASIZ (mN/m)</b>	<b>MoS<sub>2</sub> (mN/m)</b>
<b>Acid-Base</b>	41,83	33,18
<b>Equation of State</b>	40,75	34,12
<b>OWRK/Fowkes</b>	42,87	39,09
<b>WU</b>	45,75	41,69
<b>Zisman</b>	34,45	30,84

#### 4.4.2.5. Aşınma testi

Ball-on disk yöntemi ile malzeme yüzeylerinde meydana gelen aşınma ile sürtünen yüzeyden malzeme kaybı belirlenmektedir. Ball-on disk testi için kullanılan cihaz CSM Instrument Tribometer cihazıdır. Testlerde karşı sürtünme elemanı olarak 3 mm boyutunda tungsten karbür (WC) bilye kullanılmıştır. Testler %35 nem oranında 25 °C hava koşullarında, 1 N yük altında 2,49 mm değme çapı ile 2 cm/s hızında gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.20' de molibden disülfid kaplanmış nikel metalinin sürtünme katsayısı grafiği verilmiştir.



Şekil 0.20. Molibden disülfid ince filmlerin nikel alttaş üzerine sürtünme grafiği

#### 4.4.3. Paslanmaz çelik üzerine molibden disülfid ince filmlerin test sonuçları

##### 4.4.3.1. XRD analizi

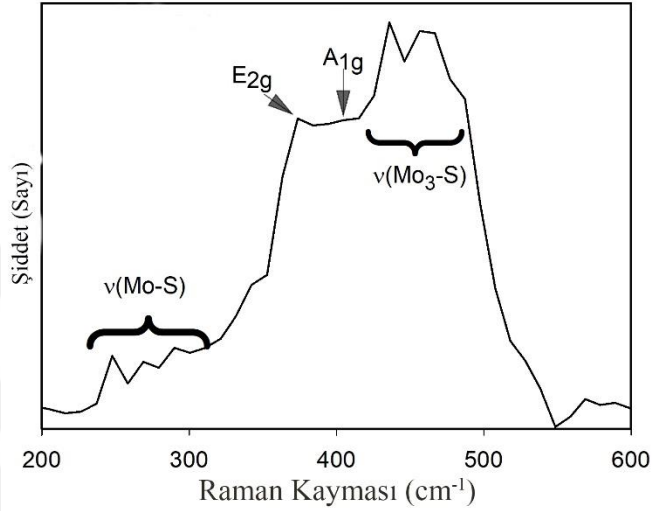
X-Işınımı difraksiyonu (XRD) analizi ile ince filmlerin kristal yapısı incelenmiştir. Analiz için Panalytical EMPYREAN marka XRD cihazı kullanılmıştır. Paslanmaz çelik üzerinde gerçekleştirilen molibden disülfid kaplamalarını XRD çizelgesi incelendiğinde 43,72 (DasGupta, 2004),  $2\theta$  değerinde  $\text{MoS}_2$  piki, 79,15  $2\theta$  değerinde  $\text{MoO}_2$  piki gözlemlenmiştir. XRD sonuçları Çizelge 4.21’ de verilmiştir.

Çizelge 0.21. Molibden disülfid ince filmlerin paslanmaz çelik alttaş üzerine XRD çizelgesi

MoS <sub>2</sub> – Pas. Ç.		
2 $\theta$ (°)	Faz	Miller İndisleri
43,72	MoS <sub>2</sub>	(006)
79,15	MoO <sub>2</sub>	(-233)

#### 4.4.3.2. RAMAN kayması analizi

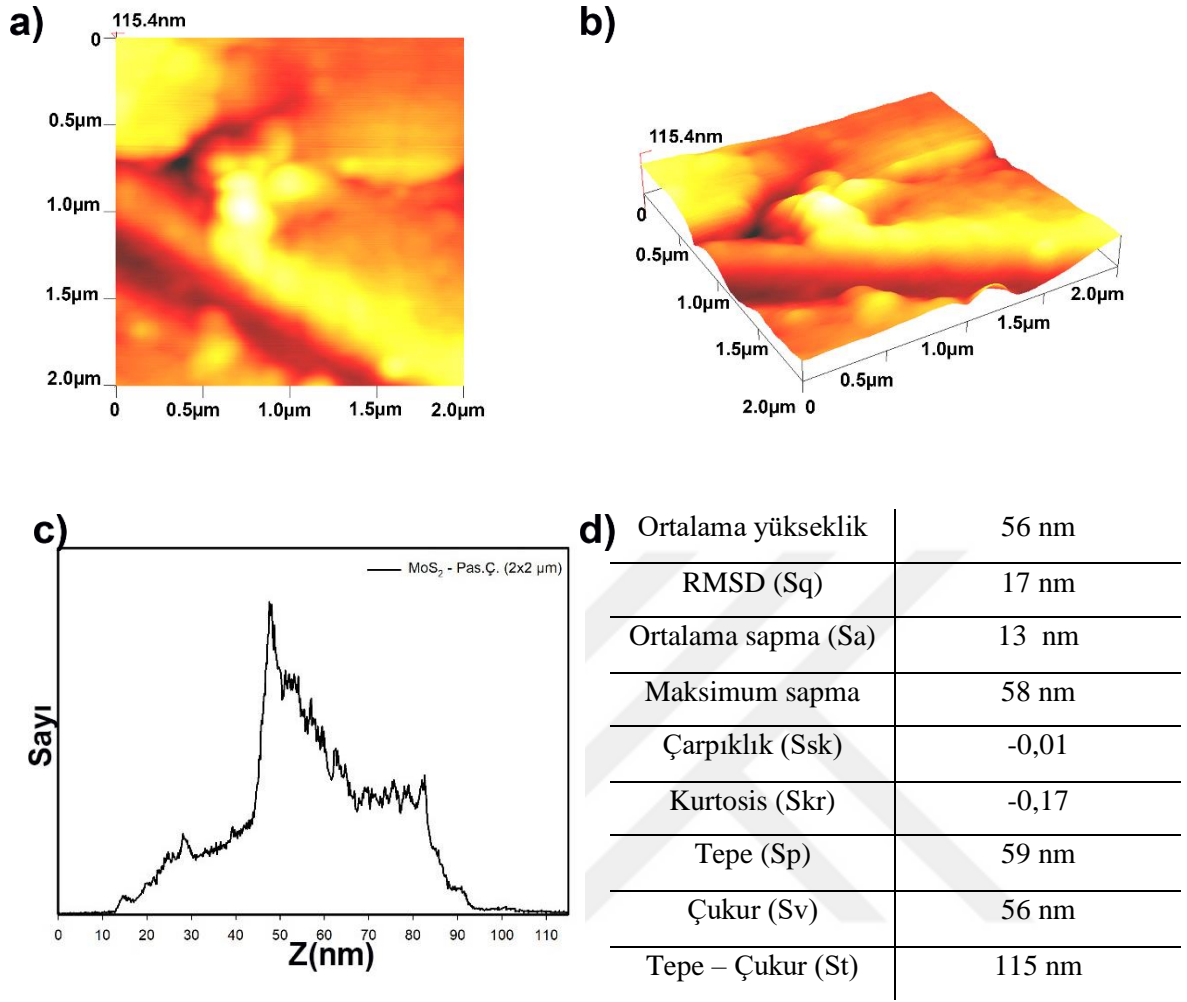
RAMAN spektroskopisi, molekül içindeki bağların, bu bağlar üzerine düşürülen ışığı esnek olmayan şekilde saçması yöntemine göre çalışır ve analiz için kullanılan cihaz Renishaw inVia RAMAN Microscope cihazıdır. RAMAN analiz sonuçlarına göre  $A_{1g}$  ve  $E_{2g}$  pikleri Şekil 4.21’ de verilmiştir.



**Şekil 0.21.** Molibden disülfid ince filmlerin paslanmaz çelik altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları

#### 4.4.3.3. AFM

MoS<sub>2</sub> kaplamalı yüzeylerde Ambios Q-Scope atomik kuvvet mikroskobu cihazı kullanılarak yüzey ölçümleri alınmıştır. 2 µm x 2 µm alanda gerçekleştirilen ölçümler ile iki ve üç boyutlu görüntüsü elde edilmiştir. Ortalama pürüzlülük/yükseklik (Z) 56 nm olarak belirlenmiştir. Paslanmaz çelik altaş üzerinde gerçekleştirilen MoS<sub>2</sub> kaplamaların 2D-3D yüzey görüntüleri, histogram grafiği ve yüzey karakterizasyonu Şekil 4.22’ de verilmiştir.



**Şekil 0.22.** Paslanmaz çelik üzerine molibden disülfid kaplamanın, **a)** 2D görüntüsü **b)** 3D görüntüsü **c)** Histogram grafiği **d)** Yüzey karakterizasyonu

#### 4.4.3.4. Temas açısı analizi

Temas açısı analizi ile yüzeyin ıslanabilirlik derecesi belirlenir. Bu açının büyüklüğü kohezyon ve adezyon kuvvetlerinin büyüklüğüne bağlı olarak değişmektedirler. Temas açısı testi için kullanılan cihaz Attension Tensiometer Theta Lite cihazıdır. Temas açısı test sonuçları Çizelge 4.22’ de ve serbest yüzey enerjisi sonuçları Çizelge 4.23’ de verilmiştir.

**Çizelge 0.22.** Molibden disülfid ince filmlerin paslanmaz çelik alttaş üzerine temas açısı sonuçları

PASLANMAZ ÇELİK	KAPLAMASIZ	MoS <sub>2</sub>
Su	76,07°	93,51°
Formamide	41,57°	75,79°
Etilen glikol	41,21°	71,28°
Diodametan	60,35°	46,84°

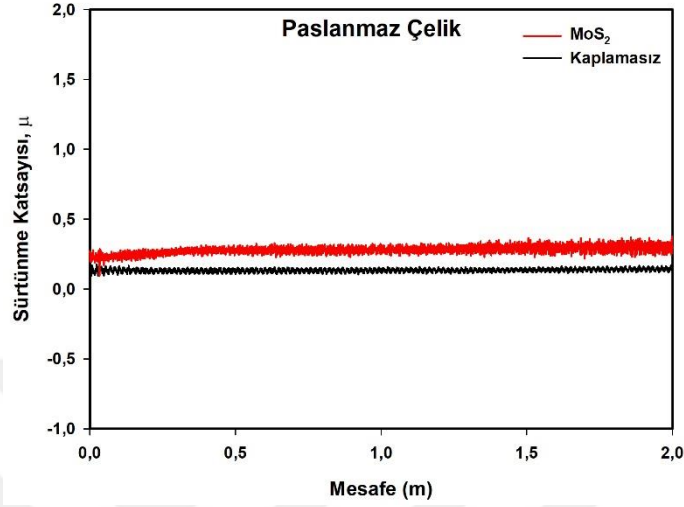
**Çizelge 0.23.** Molibden disülfid ince filmlerin paslanmaz çelik alttaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları

PASLANMAZ ÇELİK	KAPLAMASIZ (mN/m)	MoS <sub>2</sub> (mN/m)
Acid-Base	36,28	33,39
Equation of State	38,03	29,15
OWRK/Fowkes	39,21	33,29
WU	42,47	35,85
Zisman	31,03	26,22

#### 4.4.3.5. Aşınma testi

Ball-on disk yöntemi ile malzeme yüzeylerinde meydana gelen aşınma ile sürtünen yüzeyden malzeme kaybı belirlenmektedir. Ball-on disk testi için kullanılan cihaz CSM Instrument Tribometer cihazıdır. Testlerde karşı sürtünme elemanı olarak 3 mm boyutunda tungsten karbür (WC) bilye kullanılmıştır.

Testler %35 nem oranında 25 °C hava koşullarında, 1 N yük altında 2,49 mm değme çapı ile 2 cm/s hızında gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.23’ te molibden disülfid kaplanmış paslanmaz çelik metalinin sürtünme katsayısı grafiği verilmiştir.



Şekil 0.23. Molibden disülfid ince filmlerin paslanmaz çelik alttaş üzerine sürtünme grafiği.

#### 4.4.4. Titanyum üzerine molibden disülfid ince filmlerin test sonuçları

##### 4.4.4.1. XRD analizi

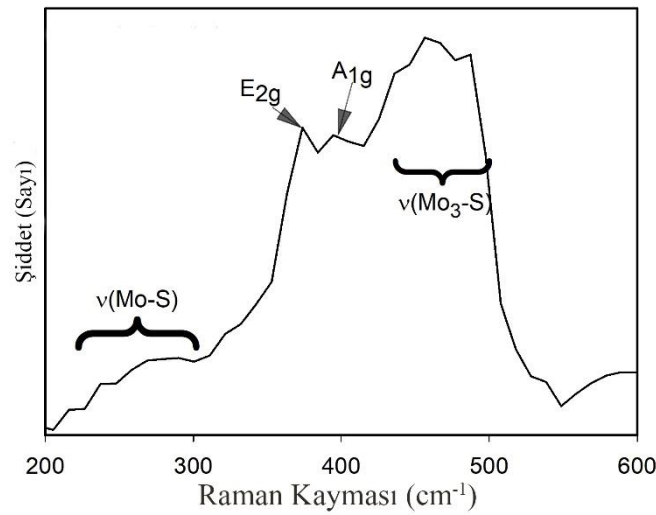
X-Işınımı kırınım deseni (XRD) analizi ile ince filmlerin kristal yapısı incelenmiştir. Analiz için Panalytical EMPYREAN marka XRD cihazı kullanılmıştır. Titanyum üzerinde gerçekleştirilen molibden disülfid kaplamalarını XRD çizelgesi incelendiğinde 37,00 (Musaoğlu vd., 2018), 63,04 (Hussain vd., 2018), 78,58 (Hussain vd., 2018) 2θ değerlerinde MoS<sub>2</sub> pikleri, 40,16 (Kumar vd., 2016) 2θ değerinde MoO<sub>3</sub> piki ve 52,93 (López-Pérez vd., 2014), 70,63 (Morris vd., 1981) 2θ değerlerinde MoO<sub>2</sub> pikleri gözlemlenmiştir. XRD sonuçları Çizelge 4.24’ te verilmiştir.

**Çizelge 0.24.** Molibden disülfid ince filmlerin titanyum altaş üzerine XRD çizelgesi

MoS <sub>2</sub> -Ti		
2θ	Faz	Miller İndisleri
36,00	MoS <sub>2</sub>	(012)
40,16	MoO <sub>3</sub>	(060)
52,93	MoO <sub>2</sub>	(211)
63,04	MoS <sub>2</sub>	(107)
70,63	MoO <sub>2</sub>	(-323)
78,57	MoS <sub>2</sub>	(109)

#### 4.4.4.2. RAMAN kayması analizi

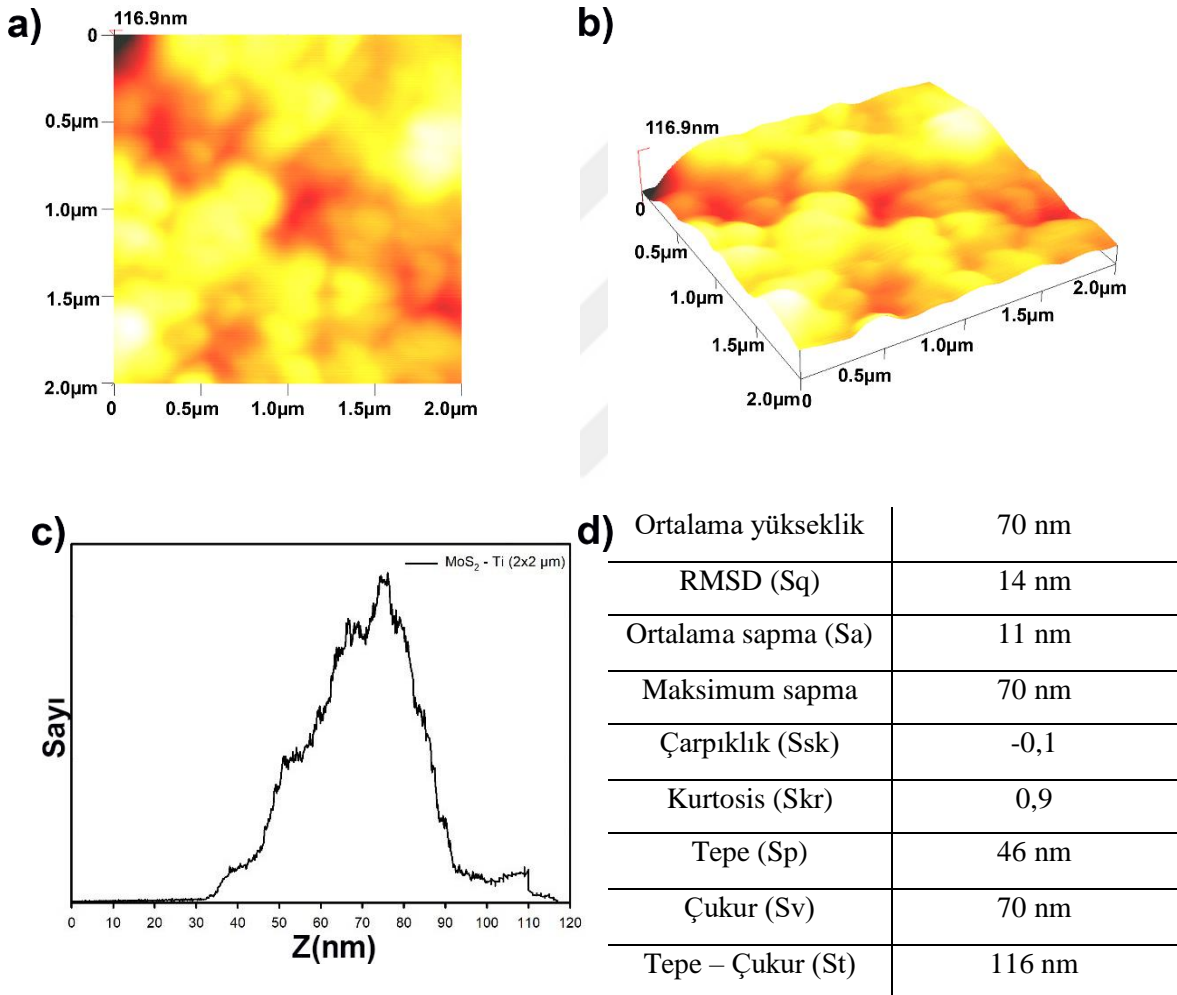
RAMAN kayması analizi, molekül içindeki bağların, bu bağlar üzerine düşürülen ışığı esnek olmayan şekilde saçması yöntemine göre çalışır ve analiz için kullanılan cihaz Renishaw inVia RAMAN Microscope cihazıdır. RAMAN analiz sonuçlarına göre A<sub>1g</sub> ve E<sub>2g</sub> pikleri Şekil 4.24.' te verilmiştir.



**Şekil 0.24.** Molibden disülfid ince filmlerin titanyum altaş üzerine RAMAN kayması sonuçları

#### 4.4.4.3. AFM

MoS<sub>2</sub> kaplamalı yüzeylerde Ambios Q-Scope atomik kuvvet mikroskobu cihazı kullanılarak yüzey ölçümleri alınmıştır. 2 µm x 2 µm alanda gerçekleştirilen ölçümler ile iki ve üç boyutlu görüntüsü elde edilmiştir. Ortalama pürüzlülük/yükseklik (Z) 70 nm olarak belirlenmiştir. Titanyum alttaş üzerinde gerçekleştirilen MoS<sub>2</sub> kaplamaların 2D-3D yüzey görüntüleri, histogram grafiği ve yüzey karakterizasyonu Şekil 4.25.' te verilmiştir.



**Şekil 0.25.** Titanyum üzerine molibden disülfid kaplamanın, **a)** 2D görüntüsü **b)** 3D görüntüsü **c)** Histogram grafiği **d)** Yüzey karakterizasyonu

#### 4.4.4.4. Temas açısı analizi

Temas açısı analizi ile yüzeyin ıslanabilirlik derecesi belirlenir. Bu açının büyüklüğü kohezyon ve adezyon kuvvetlerinin büyüklüğüne bağlı olarak değişmektedirler. Temas açısı testi için kullanılan cihaz Attension Tensiometer Theta Lite cihazıdır. Temas açısı test sonuçları Çizelge 4.25.' de ve serbest yüzey enerjisi sonuçları Çizelge 4.26.' da verilmiştir.

**Çizelge 0.25.** Molibden disülfid ince filmlerin titanyum alttaş üzerine Temas açısı sonuçları.

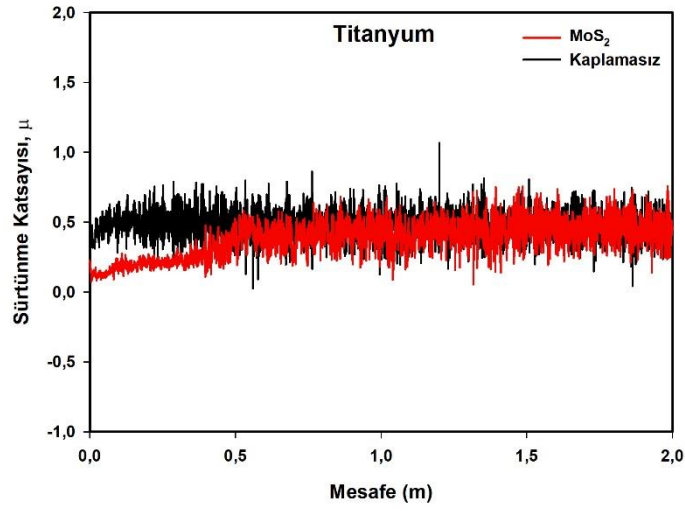
TİTANYUM	KAPLAMASIZ	MoS <sub>2</sub>
Su	12,23°	97,41°
Formamide	39,56°	78,93°
Etilen glikol	40,41°	71,04°
Diodametan	49,41°	53,36°

**Çizelge 0.26.** Molibden disülfid ince filmlerin titanyum alttaş üzerinde serbest yüzey enerjisi sonuçları

TİTANYUM	KAPLAMASIZ (mN/m)	MoS <sub>2</sub> (mN/m)
Acid-Base	29,61	31,26
Equation of State	47,97	27,56
OWRK/Fowkes	56,76	30,68
WU	63,28	33,19
Zisman	76,49	25,98

#### 4.4.4.5. Aşınma testi

Ball-on disk yöntemi ile malzeme yüzeylerinde meydana gelen aşınma ile sürtünen yüzeyden malzeme kaybı belirlenmektedir. Ball-on disk testi için kullanılan cihaz CSM Instrument Tribometer cihazıdır. Testlerde karşı sürtünme elemanı olarak 3 mm boyutunda tungsten karbür (WC) bilye kullanılmıştır.



**Şekil 0.26.** Molibden disülfid ince filmlerin titanyum altaş üzerine sürtünme grafiği.

Testler %35 nem oranında 25 °C hava koşullarında, 1 N yük altında 2,49 mm değme çapı ile 2 cm/s hızında gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.26' da molibden disülfid kaplanmış paslanmaz çelik metalinin sürtünme katsayısı grafiği verilmiştir.

## 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Günümüzde sürtünmeden kaynaklı enerji kayıplarını ve doğan maliyet kalemlerini azaltmak için hazırlanmış bu tez çalışması neticesinde çeşitli metal parçalar üzerinde bor nitrür (BN) ve molibden disülfid ( $\text{MoS}_2$ ) kaplamalar kullanılmıştır.

Bu tez çalışmasında metal olarak alüminyum (1050-2,5mm), paslanmaz çelik (304-2mm), nikel (625-2mm) ve titanyum (grade2-1mm) tercih edilmiştir. Kaplamalar esnasında karşılaştırma yapılabilmesi için BN kaplama işlemi esnasında dört metal aynı anda cihaza yerleştirilmiştir.  $\text{MoS}_2$  kaplama işlemi içinde aynı işlem gerçekleştirilmiştir.

Üretilen ince filmler üzerinde XRD, AFM, RAMAN, temas açısı, sürtünme ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Bu test sonuçları neticesinde elde edilen veriler sonucunda;

Alüminyum metali üzerindeki BN kaplamasında XRD ölçümleri sonucu h-BN, BN ve  $\text{B}_{12}\text{N}_{12}$  pikleri gözlemlenmiştir. RAMAN kayması ölçümleri de üretilen ince filmin h-BN olduğunu göstermiştir. Yüzey topografisi için gerçekleştirilen  $10 \times 10 \mu\text{m}$  alanda AFM ölçümleri sonucunda 40 nm pik yapan bir Gaussian eğrisi histogram grafiğinde elde edilmiştir. Gaussian eğrisi ve yüzey karakterizasyonu sonucunda kurtosis (Skr) pozitif değer vermiştir. Pozitif çıkan sonuçlar neticesinde  $10 \times 10 \mu\text{m}$  alanda tepelerin daha fazla olduğunu söyleyebiliriz. Aynı alanda gerçekleştirilen yüzey yükselti standart sapması (RMS) değeri 11 nm' dir. Çarpıklık (Ssk) değerine göre aynı alanda -0,2 bir değer elde edilmiştir. Negatif değeri sonucunda filmin asimetric ve çukur yoğunluğunu ifade etmektedir. Skr ve Ssk değerleri karşılaştırıldığında Ssk değerini daha baskın olduğunu ve tepelerin daha yoğun olduğunu söylenebilir. Dört sıvı ile gerçekleştirilen temas açısı ölçümleri sonucunda temas açıları artış gözlemlenmiştir. Alüminyum üzerinde oluşturulan BN ince filmler en yüksek temas açısı değeri olan 83,46 derecelik bir değer vermiştir ve hidrofobik yapıya yaklaşmıştır. Ball-on disk yöntemi ile gerçekleştirilen sürtünme/aşınma testleri sonucunda BN kaplama 1,5 m' lik ölçümde, 0,8 m boyunca sürtünme katsayısını 0,31'de tutmuştur. Kaplamasız alüminyum 0,09 m sonra ölçüm ucu metalin içine nüfus etmeye başlamıştır. BN kaplama kaplamız metale göre 0,71 m metalin yüzeyinde korumasını sağlamıştır.

Nikel metali üzerindeki BN kaplamasında XRD ölçümleri sonucu h-BN, c-BN,  $\beta$ - $B_2O_3$ , w-BN ve  $B_{12}N_{12}$  pikleri gözlemlenmiştir. RAMAN kayması ölçümleri de üretilen ince filmin h-BN olduğunu yani yoğunluk olarak h-BN gözlemlenmiştir. Yüzey topografisi için gerçekleştirilen  $10 \times 10 \mu m$  alanda AFM ölçümleri sonucunda 5 nm pik yapan bir Gaussian eğrisi diğer bir deyişle ortalama pürüzlülük/yüksekliği histogram grafiğinde elde edilmiştir. Gaussian eğrisi ve yüzey karakterizasyonu sonucunda kurtosis (Skr) pozitif değer vermiştir. Pozitif çıkan sonuçlar neticesinde  $10 \times 10 \mu m$  alanda tepelerin daha fazla olduğunu söyleyebiliriz. Aynı alanda gerçekleştirilen yüzey yükselti standart sapması (RMS) değeri 1,1 nm' dir. Çarpıklık (Ssk) değerine göre aynı alanda 0,1' lik bir değer elde edilmiştir. Pozitif değeri sonucunda filmin asimetrik ve tepelerin yoğunluğunu ifade etmektedir. Asimetriklik Gaussian ve Ssk değerleri göz önüne alındığında düşük olduğu söylenebilir, fakat tam simetriklikten bahsedilemez. Skr değeri 0,6 olup, Skr değeri de ince film üzerinde tepelerin çoğunlukta olduğunu göstermektedir. Dört sıvı ile gerçekleştirilen temas açısı ölçümleri sonucunda temas açılarında artış gözlemlenmiştir. Nikel üzerinde oluşturulan BN ince filmler en fazla temas açısının artımı 62,6 derecelik bir değeri etilen-glikol ile sağlanmıştır. BN kaplama 3 m' lik ölçümde 0,30' luk sürtünme katsayısını sabit tutmuştur. Kaplamasız nikel 0,20 sürtünme katsayısını ile başlamış 1,20 m' ye kadar kaplamalı numuneye göre daha düşük sürtünme özelliği göstermiştir. 1,20 m' den sonra 0,46 sürtünme katsayısı ile sürtünme özelliği göstermeye başlamıştır. BN kaplama 3 m boyunca sürtünme katsayısını sabit tutarak iyi bir kalıcılık sergilemiştir. BN kaplama nikel metali üzerinde uygunluğunu göstermiştir. Ayrıca sürtünme grafiğinde dalgalanmanın az olması, yüzey pürüzlülüğünün azaltıldığını da bir göstermiştir.

Paslanmaz çelik üzerindeki BN kaplamasında XRD ölçümleri sonucu h-BN, c-BN ve  $B_{12}N_{12}$  pikleri gözlemlenmiştir. RAMAN kayması ölçümleri de üretilen ince filmin h-BN olduğunu yani yoğunluk olarak h-BN gözlemlenmiştir. Yüzey topografisi için gerçekleştirilen  $10 \times 10 \mu m$  alanda AFM ölçümleri sonucunda 314 nm pik yapan bir Gaussian eğrisi diğer bir deyişle ortalama pürüzlülük/yüksekliği histogram grafiğinde elde edilmiştir. Gaussian eğrisi ve yüzey karakterizasyonu sonucunda kurtosis (Skr) pozitif değer vermiştir. Pozitif çıkan sonuçlar neticesinde  $10 \times 10 \mu m$  alanda tepelerin daha fazla olduğunu söyleyebiliriz. Aynı alanda gerçekleştirilen yüzey yükselti standart sapması (RMS) değeri 74 nm' dir. Çarpıklık (Ssk) değerine göre aynı alanda -0,1' lik bir değer elde edilmiştir. Ssk değeri sonucunda çukur çoğunluğu olduğu gözlemlenmiştir. Negatif değeri sonucunda

filmin asimetric ve çukurların yoğunluğunu ifade etmektedir. Skr değeri 2,2 olup, Skr değeri de ince film üzerinde tepelerin çoğunlukta olduğunu göstermektedir. Ssk ve Skr değerleri karşılaştırıldığında Skr değerinin yüksek olması sonucunda ölçüm alınan alanda tepelerinin çoğunlukta olduğu söylenebilir. Dört sıvı ile gerçekleştirilen temas açısı ölçümleri sonucunda temas açılarında artış gözlemlenmiştir. Paslanmaz çelik üzerinde oluşturulan BN ince filmler en yüksek temas açısının artımı 108 derecelik bir değeri su ile sağlanmıştır. Paslanmaz çelik BN kaplama ile hidrofobik özellik kazanmıştır. BN kaplama paslanmaz çelik üzerinde 3 metre boyunca 0,18 sürtünme katsayısı göstermiştir. Kaplamasız paslanmaz çelik 0,16 sürtünme katsayısı göstermiştir. BN kaplama sürtünme katsayısı olarak kaplamasızdan 0,02 daha fazladır. BN kaplamasını grafiği incelendiğinde kaplamalı yüzeyde dalgalanma daha azalmış ve doğrusal bir grafiğe yönelim göstermektedir. Bu daha yüzey pürüzlülüğünü azalttığını göstermektedir.

Titanyum alttaş üzerindeki BN kaplamasında XRD ölçümleri sonucu h-BN, BN ve  $B_{12}N_{12}$  pikleri gözlemlenmiştir. RAMAN kayması ölçümleri de üretilen ince filmin h-BN olduğunu yani yoğunluk olarak h-BN gözlemlenmiştir. Yüzey topografisi için gerçekleştirilen  $10 \times 10 \mu m$  alanda AFM ölçümleri sonucunda 396 nm pik yapan bir Gaussian eğrisi diğer bir deyişle ortalama pürüzlülük/yüksekliği histogram grafiğinde elde edilmiştir. Gaussian eğrisi ve yüzey karakterizasyonu sonucunda kurtosis (Skr) pozitif değer vermiştir. Pozitif çıkan sonuçlar neticesinde  $10 \times 10 \mu m$  alanda tepelerin daha fazla olduğunu söyleyebiliriz. Aynı alanda gerçekleştirilen yüzey yükselti standart sapması (RMS) değeri 106 nm' dir. Çarpıklık (Ssk) değerine göre aynı alanda -0,1' lik bir değer elde edilmiştir. Ssk değeri sonucunda çukur çoğunluğu olduğu gözlemlenmiştir. Negatif değeri sonucunda filmin asimetric ve çukurların yoğunluğunu ifade etmektedir. Oldukça düşük çıkan Ssk değeri ile ince filmin simetric yapıya yakın olduğu ifade edilebilir. Skr değeri 1,2 olup, Skr değeri de ince film üzerinde tepelerin çoğunlukta olduğunu göstermektedir. Ssk ve Skr değerleri karşılaştırıldığında Skr değerinin yüksek olması sonucunda ölçüm alınan alanda tepelerinin çoğunlukta olduğu söylenebilir. Titanyum alttaş üzerinde oluşturulan BN ince filmler en yüksek temas açısının artımı 76,71 derecelik bir değeri su ile sağlanmıştır. BN kaplama titanyum üzerinde 2 m' lik ölçümde 0,45 sürtünme katsayısı göstermektedir. Kaplamasız titanyum ortalama 0,52 sürtünme katsayısı göstermektedir. Titanyum üzerine BN kaplama sürtünme grafiği incelendiğinde BN kaplama yüzey pürüzlülüğünü azaltarak sürtünmenin daha sabit kalmasını sağlamış ve dalgalanmaları önlemiştir.

Alüminyum metali üzerindeki MoS<sub>2</sub> kaplamasında XRD ölçümleri sonucu MoS<sub>2</sub> piki gözlemlenmiştir. RAMAN kayması ölçümleri de üretilen ince filmin Mo-S bağlantılı yapı olduğunu gözlenmiştir. Yüzey topografisi için gerçekleştirilen 2x2 µm alanda AFM ölçümleri sonucunda 16 nm pik yapan bir Gaussian eğrisi histogram grafiğinde elde edilmiştir. Gaussian eğrisi ve yüzey karakterizasyonu sonucunda kurtosis (Skr) 0,5' lik pozitif değer vermiştir. Pozitif çıkan sonuçlar neticesinde 2x2 µm alanda tepelerin daha fazla olduğunu söyleyebiliriz. Aynı alanda gerçekleştirilen yüzey yükselti standart sapması (RMS) değeri 4 nm'dir. Çarpıklık (Ssk) değerine göre aynı alanda 0,1 bir değer elde edilmiştir. Pozitif değeri sonucunda filmin asimetrik ve tepe yoğunluğunu ifade etmektedir. Dört sıvı ile gerçekleştirilen temas açısı ölçümleri sonucunda temas açılarında artış gözlemlenmiştir. Alüminyum üzerinde oluşturulan MoS<sub>2</sub> ince filmler en yüksek temas açısı değeri olan 100,46 derecelik bir değer vermiştir ve hidrofobik yapı sergilemiştir. MoS<sub>2</sub> kaplama, BN kaplamaya kıyasla alüminyum üzerinde efektif bir etki gösterememiştir. 0,08 m' de pin metalin içine nüfus etmeye başlamıştır. Alüminyum daha önce ölçülen sertlik ölçümlerinde 49 Hv sertlik sonucu verdiği için yumuşak bir malzeme olduğundan sürtünme ölçümleri kısa sürmüştür.

Nikel alttaş üzerindeki MoS<sub>2</sub> kaplamasında XRD ölçümleri sonucu MoS<sub>2</sub>, Mo<sub>15</sub>S<sub>19</sub> pikleri gözlemlenmiştir. RAMAN kayması ölçümleri de üretilen ince filmin Mo-S bağlantılı yapı olduğunu gözlenmiştir. Yüzey topografisi için gerçekleştirilen 2x2 µm alanda AFM ölçümleri sonucunda 22 nm pik yapan bir Gaussian eğrisi histogram grafiğinde elde edilmiştir. Gaussian eğrisi ve yüzey karakterizasyonu sonucunda kurtosis (Skr) 0,415' lik pozitif değer vermiştir. Pozitif çıkan sonuçlar neticesinde 2x2 µm alanda tepelerin daha fazla olduğunu söyleyebiliriz. Aynı alanda gerçekleştirilen yüzey yükselti standart sapması (RMS) değeri 9 nm' dir. Çarpıklık (Ssk) değerine göre aynı alanda 0,6' lık bir değer elde edilmiştir. Pozitif değeri sonucunda filmin asimetrik ve tepe yoğunluğunu ifade etmektedir. Dört sıvı ile gerçekleştirilen temas açısı ölçümleri sonucunda temas açılarında artış gözlemlenmiştir. Nikel alttaşlarda üzerinde oluşturulan MoS<sub>2</sub> ince filmler en yüksek temas açısı değeri olan 91,57 derecelik bir değer vermiştir ve hidrofobik yapı sergilemiştir. MoS<sub>2</sub> kaplama 3 metrelik ölçümde 2,70 m' ye kadar 0,27' lik sürtünme katsayısı sergilemektedir. Kaplamasız nikel 0,20 sürtünme katsayısını ile başlamış 1,20 m' ye kadar kaplamalı numuneye göre daha düşük sürtünme özelliği göstermiştir. MoS<sub>2</sub> kaplamalar BN kaplamalara göre daha az süre dayanım sergilemiştir.

Paslanmaz çelik üzerindeki MoS<sub>2</sub> kaplamasında XRD ölçümleri sonucu MoS<sub>2</sub>, MoO<sub>2</sub> pikleri gözlemlenmiştir. RAMAN kayması ölçümleri de üretilen ince filmin Mo-S bağlantılı yapı olduğunu gözlemlenmiştir. Yüzey topografisi için gerçekleştirilen 2x2 µm alanda AFM ölçümleri sonucunda 56 nm pik yapan bir Gaussian eğrisi histogram grafiğinde elde edilmiştir. Gaussian eğrisi ve yüzey karakterizasyonu sonucunda kurtosis (Skr) -0,1' lik negatif değer vermiştir. Negatif çıkan sonuçlar neticesinde 2x2 µm alanda çukurların daha fazla olduğunu söyleyebiliriz. Aynı alanda gerçekleştirilen yüzey yükselti standart sapması (RMS) değeri 17 nm' dir. Çarpıklık (Ssk) değerine göre aynı alanda -0,1' lik bir değer elde edilmiştir. Negatif değeri sonucunda filmin asimetric ve çukur yoğunluğunu ifade etmektedir. Dört sıvı ile gerçekleştirilen temas açısı ölçümleri sonucunda temas açılarında artış gözlemlenmiştir. Paslanmaz çelik üzerinde oluşturulan MoS<sub>2</sub> ince filmler en yüksek temas açısı değeri olan 93,51 derecelik bir değer vermiştir ve hidrofobik yapı sergilemiştir. MoS<sub>2</sub> kaplama paslanmaz çelik üzerinde 3 m boyunca 0,25 sürtünme katsayısı göstermektedir. Kaplamasız paslanmaz çelik 0,16 sürtünme katsayısı göstermiştir. Paslanmaz çelik yüzeyinde bulunan oksitli bileşik tabaka sayesinde daha düşük sürtünme göstermiştir. Ayrıca bu tabakanın kaplamaların yüzeyde etkisini azalttığı düşünülmektedir.

Titanyum alttaş üzerindeki MoS<sub>2</sub> kaplamasında XRD ölçümleri sonucu MoS<sub>2</sub>, MoO<sub>2</sub> ve MoO<sub>3</sub> pikleri gözlemlenmiştir. RAMAN kayması ölçümleri de üretilen ince filmin Mo-S bağlantılı yapı olduğunu gözlemlenmiştir. Yüzey topografisi için gerçekleştirilen 2x2 µm alanda AFM ölçümleri sonucunda 70 nm pik yapan bir Gaussian eğrisi histogram grafiğinde elde edilmiştir. Gaussian eğrisi ve yüzey karakterizasyonu sonucunda kurtosis (Skr) 0,8' lik pozitif değer vermiştir. Pozitif çıkan sonuçlar neticesinde 2x2 µm alanda tepelerin daha fazla olduğunu söyleyebiliriz. Aynı alanda gerçekleştirilen yüzey yükselti standart sapması (RMS) değeri 14 nm' dir. Çarpıklık (Ssk) değerine göre aynı alanda -0,1' lik bir değer elde edilmiştir. Negatif değeri sonucunda filmin asimetric ve çukur yoğunluğunu ifade etmektedir. Skr ve Ssk değerleri göz önünde bulundurulduğunda yüksek Skr değeri ile tepelerin çoğunlukta olduğunu söyleyebiliriz. Dört sıvı ile gerçekleştirilen temas açısı ölçümleri sonucunda temas açılarında artış gözlemlenmiştir. Titanyum alttaş üzerinde oluşturulan MoS<sub>2</sub> ince filmler en yüksek temas açısı değeri olan 97,41 derecelik bir değer vermiştir ve hidrofobik yapı sergilemiştir. MoS<sub>2</sub> kaplama titanyum üzerinde 2 m' lik

ölçümde 0,40 m' ye kadar 0,15' lik sürtünme katsayısını korumuş ama 0,40 m' den itibaren kaplama etkisi azalarak kaplamasız titanyumun sürtünme katsayısı 0,52 civarına gelmiştir.

Gerçekleştirilen tüm kaplamalarda, kaplama işlemi gerçekleştirilmeden önce yüzey temizliği gerçekleştirilmemesi sürtünme grafiklerinde yüzeyden kaynaklı dalgalanmalara neden olmuş ve sürtünme değerleri beklenildiğinden az azalmıştır.

Mahathanabodee ve arkadaşları sürtünmeyi azaltma için SS316L çeliğine yüzde 10, 15 ve 20 oranlarında 1200 °C sıcaklıkta 60 dakika h-BN ve MoS<sub>2</sub> katkıları yaparak sinterleme çalışması gerçekleştirmiştir. Yüzde 20 h-BN katkılı çeliğin sürtünme katsayısı 0,55 olarak 0,1m/s hızda ölçülmüştür. Yüzde 20 MoS<sub>2</sub> katkılı çeliğin sürtünme katsayısı ise 1 olarak 0,1 m/s hızda ölçülmüştür. Aynı katkı oranlarında h-BN ve MoS<sub>2</sub>' li çeliğin 0,2 m/s hızda sürtünme değerleri sırası ile 0,7 ve 0,9 olarak ölçülmüştür (Mahathanabodee, 2014). Gerçekleştirilen bu çalışma sonucu ile tez çalışması karşılaştırıldığında, tez çalışmasında kullanılan kaplamanın çelik için daha uygun olduğunu söylemek mümkündür. Tez çalışmasında çelik üzerinde elde edilen h-BN ve MoS<sub>2</sub> kaplamalarının sürtünme değerleri sırası ile 0,2 ve 0,3' tür. Çeliğin sürtünmenin azaltılması için sinterleme yöntemi yerine kaplama işlemi yapılmasının daha iyi sonuçlar vereceği ortaya çıkmıştır.

Zhao ve arkadaşların plazma sprej yöntemini kullanarak C45 828HV sertlikte çelik üzerine, Yttria Stabilize Zirkonya(YSZ)/h-BN kompozit kaplama çalışmasında 0,3 µm, 0,6 µm ve 4 µm partikül büyüklüğünde h-BN, YSZ' ye yüzde 1,2,5, ve 8 konsantrasyonunda eklenerek kaplamalar oluşturulmuştur. Bu kaplamaların içinde en iyi sonucu 6N kuvvet altında 0,3µm partikül boyutlu %5 h-BN katkılı kaplama 0,42 sürtünme katsayısı vermiştir (Zhao, 2018). Bu tez çalışmasında kullanılan 220 HV sertlikli 306 çeliğin üzerinde oluşturulan 0,20 sürtünme katsayılı h-BN ve 0,30 sürtünme katsayılı MoS<sub>2</sub> kaplamaya göre yüksek bir sürtünme katsayısı vermiştir. Zhao ve arkadaşlarının çalışmasında kullanılan metal sertliğine göre daha düşük bir sürtünme değeri vermesi gerekirken bu tez çalışmasında kullanılan sonuçlara göre daha az değerlerde kalmıştır.

Chen ve arkadaşları, h-BN katkılı stelit-6 kaplamalarını Cr12MoV çeliğinin üzerinde 1100 µm kalınlıkta gerçekleştirmişlerdir. Bu çalışmada 75 µm partikül boyutlu stelit-6, 7 µm boyutlu h-BN ve 3 µm boyutlu NbC kullanılmıştır. Lazer kaplama yöntemi kullanılan bu çalışmada stelit-6'ya %10 h-BN ve %10h-BN ile birlikte %30 NbC katkılı kaplamalarda gerçekleştirilen sürtünme ölçümlerinde en düşük sürtünme değerini stelit-6'ya %10 h-BN katkılı kaplama 0,1 olarak vermiştir. %10 h-BN ve %30 NbC katkılı stelit-6 kaplama ise 0,6 sürtünme katsayısı değeri vermiştir (Chen, 2019). Bu çalışmada 1100 µm'lik kalın kaplama sürtünme değerini yüksek olarak azaltmıştır. Bu tez çalışmasında 160 nm kalınlıkta gerçekleştirilen kaplama 0,2 sürtünme değerini vermiştir. İki çalışma arasındaki fark ise Chen ve arkadaşlarının çalışmasında yüksek sıcaklıkların kullanılmasıdır. Bu tez çalışmasına göre 6875 kat daha kalın bir kaplama ile sürtünme değerinde 2 kat fark elde edilmesi, tez çalışmasında kullanılan yöntemin daha uygun olduğunu göstermektedir.

Yuan ve arkadaşları sürtünmeyi azaltma için gerçekleştirdiği çalışmada titanyum (Ti6242) alttaş tercih edilmiştir. H-BN ve polibronzilin (PBN – B<sub>3</sub>N<sub>3</sub>H<sub>6</sub>) karıştırılarak hızlı termal ısıtma fırını kullanılarak 1200 °C' de kaplama gerçekleştirilmiştir. Kaplanan numuneler 200 °C' de 1 saat bekletilmiştir. Sürtünme ölçümleri için 360 °C' de gerçekleştirilmiştir. Bu veriler sonucunda kaplamasız 0,72 olan sürtünme değeri 0,35 değerine kadar azaltılmıştır (Yuan, 2015). Bu yöntem de kaplama için kullanılan ısı ticari hayatta metaller üzerine kaplama yaparken uygulanabilecek durumda değildir. Titanyum metali özel yerlerde kullanıldığı için hazırlanan malzemelerin genleşme sorunu yaşamaması tercih edilmemesine neden olacaktır. Bu tez çalışmasında kullanılan yöntem ile titanyum üzerine gerçekleştirilen kaplamaların sürtünme değeri 0,49 olarak ölçülmüştür. Bu değer olmasına karşın sistemde herhangi bir ısı kullanılmaması ticari olarak hassas ölçümlerle çalışılan metal sektörü için daha uygun hale gelmektedir.

Spalvin ve arkadaşının sürtünmeyi azaltma için gerçekleştirdiği çalışmada saçtırma tekniği kullanılarak MoS<sub>2</sub> kaplama gerçekleştirilmiştir. Saçtırma tekniği olarak anlatılan sistem triod saçtırma sistemi olarak da kabul edilebilmektedir. Alttaş olarak Ni-Cr ve Neobiyum kullanılmıştır. Bu sistemde 10<sup>-11</sup> torr basınçlı vakum odası ve bu oda 371 °C ısıtılarak kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir. Oluşturulan ince filmler 200-300 nm civarındadır. Bu işlemle oluşturulan ince filmlerin sürtünme katsayısı 0,09 olarak

belirlenmiştir (Przybyszewski, 1967). Vickers' e göre sertliği 1300 MPa olan Neobiyum kullanılması sürtünme değerinin düşük çıkmasında büyük etken olduğu düşünülebilir. Bu tez çalışmasında karşılaştırma yapabileceğimiz en yakın MoS<sub>2</sub> sürtünme değeri 0,15 olarak titanyum üzerindedir. Tez çalışmasında kullanılan titanyum ile Spalvin' in çalışmasında kullanılan neobiyum metallерinin yakın sertlik değerleri ve tez çalışmasında polişleme yapılmaması iki çalışma arasında 0,06' lık bir fark oluşturmaktadır. Fakat tez çalışmasında ısıнын kullanılmaması birçok sektör için daha avantajlıdır.

Jean-Michel Martin sürtünmeyi azaltıcı kaplamaların oluşturulmasın ultra yüksek vakum sisteminde yüksek frekanslı saçırma tekniğini kullanmıştır. Bu çalışmasında çelik ve silikon altaşları tercih etmiştir. Sürtünme ölçümlerinde vakum ortamı tercih eden Jean, ultra yüksek vakumda ( $10^{-10}$  mbar) sürtünme değerini 0,001 olarak elde ederken, 1 mbar ortamında gerçekleştirdiği sürtünme ölçümlerinde 0,014' lük sürtünme değerini ölçmüştür (Martin, 2007). Bu tez çalışmasında sürtünme ölçümleri 1013 mbar' da 0,35 sürtünme katsayısı gözlemlenmiştir ve Jean' in çalışmasına göre yüksek sürtünme değerleri vermiştir. Jean'ın çalışması ve bu tez çalışması birlikte düşünüldüğünde vakum değerleri arttırıldıkça sürtünme değerleri de azalmaktadır.

Bhattacharya ve arkadaşları sürtünmeyi azaltmak için DC magnetron saçırma ve iyon demet karıştırma tekniklerini kullanarak MoS<sub>2</sub> kaplamaları NaCl, ZrO<sub>2</sub>, Si, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve elmas üzerinde gerçekleştirmiştir. İyon demet karıştırma yöntemiyle 50 nm kalınlıklarla kaplamalar oluşturma işlemi tekrarlanarak toplamda 2 µ kaplama kalınlığı elde edilmiştir. DC magnetron yöntemi ile 750 nm kaplama kalınlığı elde edilmiştir. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> üzerinde 2 N kuvvet ile gerçekleştirilen sürtünme ölçümlerinde DC magnetron saçırma yöntemi ile 1000 tura kadar 0,15 daha sonra artmaya başlamıştır. İyon demet karıştırma yönteminde 0,24 ile başlayan sürtünme değeri 1000 tura kadar parabolik olarak 0,05 sürtünme değerine kadar azalmıştır (Bhattacharya, 1993). İyon demeti yönteminde 50 nm şeklinde tekrarlanan kaplamalar ile filmin oluşturulması sürtünmenin daha iyi azaltılabileceğini göstermiştir.

Bu tez çalışmasında da bu yöntemin denenmesi ile sürtünmenin daha azaltılabileceği düşünülmüştür. Genel olarak gerçekleştirilen kaplamalar sürtünme sorununa farklı şekillerde çözümler oluşturmuştur.

Sürtünmenin azaltılmasında kaplama yapılacak malzemenin sertliğinin önem arz ettiği görülmüştür. Sertlikten sonra malzeme yüzeyini etkisi önemlidir. Diğer çalışmalar ile karşılaştırıldığında, h-BN malzemesinin yüksek sıcaklıklarda daha düşük sürtünme değerleri verdiği gözlemlenmiştir. Artan vakum değerleri ile sürtünmenin azaltılabileceği görülmüştür. Ayrıca diğer tüm yöntemler ile karşılaştırıldığında kullanılan alttaşın sert seçilmesi ve yüzeyinin polişlenmesi gerektiği önerilebilir.



## KAYNAKLAR DİZİNİ

- Ağar, Özgün. 2017. 'Termiyonik Vakum Ark (Tva) Tekniği Kullanarak Bor Karbür (B4c) İnce Filmlerinin Oluşturulması and Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi'.
- Akashi, Tamotsu, Han-Ryong Pak, and Akira B Sawaoka. 1986. 'Structural changes of wurtzite-type and zincblende-type boron nitrides by shock treatments', *Journal of materials science*, 21: 4060-66.
- Aydoğmuş, Tuna. 2013. 'Termiyonik vakum ark (TVA) tekniği ile optik filtre tasarımı', ESOGÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Balbağ, Mustafa Zafer. 2009. 'Termiyonik Vakum Ark (TVA) Tekniği İle Magnezyum, Bor and Magnezyum Borür İnce Filmlerinin Üretilmesi and Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi'.
- Balmain, WH. 1842. 'Bemerkungen über die Bildung von Verbindungen des Bors und Siliciums mit Stickstoff und gewissen Metallen', *Journal für Praktische Chemie*, 27: 422-30.
- Bello, I, YM Chong, KM Leung, CY Chan, KL Ma, WJ Zhang, ST Lee, and A Layyous. 2005. 'Cubic boron nitride films for industrial applications', *Diamond and related materials*, 14: 1784-90.
- Bhattacharya, R. S., Rai, A. K., McCormick, A. W., & Erdemir, A. (1993). High energy (MeV) ion beam modifications of sputtered MoS<sub>2</sub> coatings on ceramics. *Tribology transactions*, 36(4), 621-626.
- Binnig, Gerd, Calvin F Quate, and Ch Gerber. 1986. 'Atomic force microscope', *Physical review letters*, 56: 930.
- Boyer, Howard E. 1987. 'Hardness testing', *ASM International*, 1987: 188.
- Bunshah, Rointan F. 2001. "Handbook of hard coatings, editor Noyes Publication." In.: William Andrew Publishing, LLC Norwich, New York, USA.
- Chen, Z., Yan, H., Zhang, P., Yu, Z., Lu, Q., & Guo, J. (2019). Microstructural evolution and wear behaviors of laser-clad Stellite 6/NbC/h-BN self-lubricating coatings. *Surface and Coatings Technology*, 372, 218-228.
- Chen, HJ, J Huang, XL Lei, MS Wu, G Liu, CY Ouyang, and B Xu. 2013. 'Adsorption and diffusion of lithium on MoS<sub>2</sub> monolayer: the role of strain ve concentration', *Int. J. Electrochem. Sci*, 8: 2196-203.
- Colthup, Norman. 2012. *Introduction to infrared ve RAMAN spectroscopy* (Elsevier).

### KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Çelik, Çağlar. 2010. 'Nano Boyutta Titanyum Diborür Katkılı Sıcak Preslenmiş Hegzagonal Bor Nitrür–Titanyum Diborür Kompozitlerinin Özelliklerinin İncelenmesi', Fen Bilimleri Enstitüsü.
- DasGupta, A. 2004. *Physics of Semiconductor Devices Iwpsd-2003* (Alpha Science Int'l Ltd.).
- Demir, İ., 2011, Safir alttaşı üzerine büyütülen GaN epitaksiyel tek kristal ince filmlerin XRD yöntemi ile incelenmesi, Yüksek lisans tezi, Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, s. 92 (yayımlanmamış).
- Demirkol, Serdar. 2008. 'Termiyonik Vakum Ark (TVA) Yöntemiyle Nano Katmanlı Kompozit Malzeme Üretimi'.
- Dibandjo, P, L Bois, F Chassagneux, and P Miele. 2007. 'Thermal stability of mesoporous boron nitride templated with a cationic surfactant', *Journal of the European Ceramic Society*, 27: 313-17.
- Ekem, N, G Musa, S Pat, Z Balbag, I Cenik, and R Vladoiu. 2008. 'Carbon thin film deposition by Thermionic Vacuum Arc (TVA)', *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 10: 672-74.
- ETİ.Maden Faaliyet Raporu 2003.
- Fan, Xiaoming, Farhad Khosravi, Vahid Rahmehin, Mariyappan Shanmugam, Masoud Loeian, Jacek Jasinski, Robert W Cohn, Eugene Terentjev, and Balaji Panchapakesan. 2015. 'MoS<sub>2</sub> actuators: reversible mechanical responses of MoS<sub>2</sub>-polymer nanocomposites to photons', *Nanotechnology*, 26: 261001.
- Fang, M., X-ray in Characterization Techniques, Science 2.0, [http://www.science20.com/mei/blog/xray\\_characterization\\_techniques](http://www.science20.com/mei/blog/xray_characterization_techniques) erişim tarihi: 16.08.2016.
- Feng, Chuanqi, Jun Ma, Hua Li, Rong Zeng, Zaiping Guo, and Huakun Liu. 2009. 'Synthesis of molybdenum disulfide (MoS<sub>2</sub>) for lithium ion battery applications', *Materials Research Bulletin*, 44: 1811-15.
- Gao, Bin, and Xiaojun Zhang. 2014. 'Synthesis of MoS<sub>2</sub> inorganic fullerene-like nanoparticles by a chemical vapour deposition method', *South African Journal of Chemistry*, 67: 6–11.
- Gasgnier, M, H Szwarc, and A Ronez. 2000. 'Low-energy ball-milling: Transformations of boron nitride powders. Crystallographic and chemical characterizations', *Journal of materials science*, 35: 3003-09.
- Geçkinli, Ayşe Emel. 1991. *İleri teknoloji malzemeleri* (İstanbul Teknik Üniversitesi).

### KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Grill, Alfred. 1994. *Cold plasma in materials fabrication* (IEEE Press, New York).
- Guo, Shiqi, Abbas Arab, Sergiy Krylyuk, Albert V Davydov, and Mona E Zaghoul. 2017. "Fabrication and characterization of humidity sensors based on CVD grown MoS<sub>2</sub> thin film." In *2017 IEEE 17th international conference on nanotechnology (IEEE-NANO)*, 164-67. IEEE.
- Gupta, Uttam, BS Naidu, Urmimala Maitra, Anjali Singh, Sharmila N Shirodkar, Umesh V Waghmare, and CNR Rao. 2014. 'Characterization of few-layer 1T-MoSe<sub>2</sub> and its superior performance in the visible-light induced hydrogen evolution reaction', *APL Materials*, 2: 092802.
- Haubner, R, M Herrmann, B Lux, G Petzow, R Weissenbacher, and M Wilhelm. 2003. *High performance non-oxide ceramics II* (Springer).
- Haynes, WM. 2011. "CRC Handbook of Chemistry and Physics 92nd edition CRC Press." In.: Taylor and Francis, Boca Raton.
- He, Zuoli, and Wenxiu Que. 2016. 'Molybdenum disulfide nanomaterials: structures, properties, synthesis and recent progress on hydrogen evolution reaction', *Applied Materials Today*, 3: 23-56.
- Hempel, Marek, Daniel Nezich, Jing Kong, and Mario Hofmann. 2012. 'A novel class of strain gauges based on layered percolative films of 2D materials', *Nano letters*, 12: 5714-18.
- Herrmann, Konrad. 2011. *Hardness testing: principles and applications* (ASM International).
- Hussain, Sajjad, Supriya A Patil, Anam Ali Memon, Dhanasekaran VikRAMAN, Bilal Abbas Naqvi, Sung Hoon Jeong, Hyun-Seok Kim, Hak-Sung Kim, and Jongwan Jung. 2018. 'CuS/WS<sub>2</sub> and CuS/MoS<sub>2</sub> heterostructures for high performance counter electrodes in dye-sensitized solar cells', *Solar Energy*, 171: 122-29.
- Ibrahim, Mohammed Aziz, Tian-wei Lan, Jing Kai Huang, Yang-Yuan Chen, Kung-Hwa Wei, Lain-Jong Li, and Chih Wei Chu. 2013. 'High quantity and quality few-layers transition metal disulfide nanosheets from wet-milling exfoliation', *RSC Advances*, 3: 13193-202.
- Johnson, Raegan Lynn. 2005. "Characterization of piezoelectric ZnO thin films and the fabrication of piezoelectric micro-cantilevers." In.: Ames Lab., Ames, IA (United States).
- Karakaş, Erdinç. 2006. 'Termiyonik Vakum Ark Teknolojisiyle Üretilen Bor Desarjların Özelliklerin İncelenmesi'.

### KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Keleşoğlu, Ergün. 2011. 'Sert Kaplamalar', *İstanbul, 131s, İstanbul*.
- Kim, Edwin, Nikhil Jain, Robin Jacobs-Gedrim, Yang Xu, and Bin Yu. 2012. 'Exploring carrier transport phenomena in a CVD-assembled graphene FET on hexagonal boron nitride', *Nanotechnology*, 23: 125706.
- Kobayashi, Katsuyoshi, and Jun Yamauchi. 1995. 'Electronic structure and scanning-tunneling-microscopy image of molybdenum dichalcogenide surfaces', *Physical Review B*, 51: 17085.
- Kokkokoğlu, Mehmet. 2010. 'RF Saçtırma Yöntemiyle Üretilen Alüminyum Nitrit (AlN) İnce Filmlerin Bazı Fiziksel Özellikleri', *Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir*.
- Kostoglou, Nikolaos, Kyriaki Polychronopoulou, and Claus Rebholz. 2015. 'Thermal and chemical stability of hexagonal boron nitride (h-BN) nanoplatelets', *Vacuum*, 112: 42-45.
- Kumar, Prabhat, Megha Singh, Rabindar K Sharma, and GB Reddy. 2016. 'Reaction mechanism of core-shell MoO<sub>2</sub>/MoS<sub>2</sub> nanoflakes via plasma-assisted sulfurization of MoO<sub>3</sub>', *Materials Research Express*, 3: 055021.
- Kwok, Daniel Y, and August W Neumann. 1999. 'Contact angle measurement and contact angle interpretation', *Advances in colloid and interface science*, 81: 167-249.
- Lin, Zhong, Amber McCreary, Natalie Briggs, Shruti SubRAMANian, Kehao Zhang, Yifan Sun, Xufan Li, Nicholas J Borys, Hongtao Yuan, and Susan K Fullerton-Shirey. 2016. '2D materials advances: from large scale synthesis and controlled heterostructures to improved characterization techniques, defects and applications', *2D Materials*, 3: 042001.
- López-Pérez, José I, Edwin O Ortiz-Quiles, Khaled Habiba, Mariel Jiménez-Rodríguez, Brad R Weiner, and Gerardo Morell. 2014. 'Enhanced structural integrity and electrochemical performance of alpo 4-coated moo 2 anode material for lithium-ion batteries', *ISRN Electrochemistry*, 2014.
- Mahathanabodee, S., Palathai, T., Raadnuai, S., Tongstri, R., & Sombatsompop, N. (2014). Dry sliding wear behavior of SS316L composites containing h-BN and MoS<sub>2</sub> solid lubricants. *Wear*, 316(1-2), 37-48.
- Martin, J. M. (2007). Superlubricity of molybdenum disulfide. In *Superlubricity* (pp. 207-225). Elsevier Science BV.
- Mineta, S, M Kohata, N Yasunaga, and Y Kikuta. 1990. 'Preparation of cubic boron nitride film by CO<sub>2</sub> laser physical vapour deposition with simultaneous nitrogen ion supply', *Thin Solid Films*, 189: 125-38.

### KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Mirkarimi, PB, KF McCarty, and DL Medlin. 1997. 'Review of advances in cubic boron nitride film synthesis', *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 21: 47-100.
- Morris, MC, HF McMurdie, EH Evans, B Paretzkin, HS Parker, NC Panagiotopoulos, and CR Hubbard. 1981. 'Standard X-ray Diffraction Powder Patterns, NBS Monograph 25, Section 18, Data for 58 Substances', *Gaithersburg: National Bureau of Standards*: 64-65.
- Muhammed, ÖZ. 2016. 'Hegzagonal bor nitrürün açık atmosferde termal davranışları', *Cumhuriyet Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fen Bilimleri Dergisi*, 37: 57-64.
- Mukhanov, VA, OO Kurakevich, and VL Solozhenko. 2008. 'On the hardness of boron (III) oxide', *Journal of Superhard Materials*, 30: 71-72.
- Musa, G, N Betiu, I Mustata, A Baltog, And A Popescu. 1983. "Low-Voltage Arc-Welding In Vacuum." In, 907-08. Editura Academiei Romane Calea Victoriei 125, Bucharest 79717, Romania. 1984. "Heated Cathode Arc In Vacuum Developed In The Vapors Of The Heated Anode." In *Proc. Xith Int. Symp. On Discharges and Insulation In Vacuum, Berlin*, 229.
- Musaoğlu, Caner, Suat Pat, Soner Özen, Reza Mohammadigharehbagh, and Şadan Korkmaz. 2018. 'Investigation of the microstructural, surface and optical properties of nano-layer MoxSy thin film deposited by thermionic vacuum arc', *Materials Research Express*, 6: 036411.
- National Center for Biotechnology Information. PubChem Database. Molybdenum disulfide, CID=14823, <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Molybdenum-disulfide> (accessed on Aug. 26, 2019)
- Novoselov, KS, A Mishchenko, A Carvalho, and AH Castro Neto. 2016. '2D materials and van der Waals heterostructures', *Science*, 353: aac9439.
- Özen, Soner. 2017. 'Katkılı galyum nitrürlü bileşiklerin üretilmesi and bazı fiziksel özelliklerinin incelenmesi'.
- Özkan, M. 2010. 'Termoionik Vakum Ark (TVA) Tekniği ile II-VI Grubu Bazı Yarıiletken Bileşiklerin İnce Filmlerinin Üretilmesi and Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi', Doktora Tezi, Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Pat, S, N Ekem, T Akan, O Kusmus, S Demirkol, R Vladioiu, CP Lungu, and G Musa. 2005. 'Study on thermionic vacuum arc—a novel and advanced technology for surface coating', *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 7: 2495-99.

### KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Pat, Suat, Soner Özen, Volkan Şenay, Şadan Korkmaz, and Veli Şimşek. 2016. 'Optical and surface properties of the in doped GaAs layer deposition using thermionic vacuum arc method', *Scanning*, 38: 297-302.
- Pierson, HO. 1992. 'Handbook of chemical vapor deposition: principles, technology and applications noyes publications', *New Jersey*.
- Pierson, Hugh O. 1975. 'Boron nitride composites by chemical vapor deposition', *Journal of Composite Materials*, 9: 228-40.
- Pujari, RB, AC Lokhande, AR Shelke, JH Kim, and CD Lokhande. 2017. 'Chemically deposited nano grain composed MoS<sub>2</sub> thin films for supercapacitor application', *Journal of colloid and interface science*, 496: 1-7.
- Przybyszewski, J. S., & Spalvins, T. (1967). Deposition of sputtered molybdenum disulfide films and friction characteristics of such films in vacuum.
- Radisavljevic, B, A Radenovic, and J Brivio. 2011. V. Giacometti and A. Kis', *Nat. Nanotechnol*, 6: 147-50.
- Radisavljevic, Branimir, Aleksandra Radenovic, Jacopo Brivio, i V Giacometti, and A Kis. 2011. 'Single-layer MoS<sub>2</sub> transistors', *Nature nanotechnology*, 6: 147.
- RAMANA, Chintalapalle V, U Becker, V Shutthanandan, and CM Julien. 2008. 'Oxidation and metal-insertion in molybdenite surfaces: evaluation of charge-transfer mechanisms and dynamics', *Geochemical transactions*, 9: 8.
- Raposo, M., Ferreira, Q., ve Ribeiro, P. A., 2007, A guide for atomic force microscopy analysis of soft-condensed matter, *Modern Research and Educational Topics in Microscopy*, 1, 758-769.
- Reich, S, AC Ferrari, R Arenal, A Loiseau, I Bello, and J Robertson. 2005. 'Resonant RAMAN scattering in cubic and hexagonal boron nitride', *Physical Review B*, 71: 205201.
- Scherrer, P. (1918). Bestimmung dergrosse und der inneren struktur von kolloiteilchen mittels. *Gottinger Nachr Math Phys*, 2, 98-100.
- Sebenik, Roger F, A Richard Burkin, Robert R Dorfler, John M Laferty, Gerhard Leichtfried, Hartmut Meyer-Grünow, Philip CH Mitchell, Mark S Vukasovich, Douglas A Church, and Gary G Van Riper. 2000. 'Molybdenum and molybdenum compounds', *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*.
- Shen, Heng, Chunting Duan, Jing Guo, Ning Zhao, and Jian Xu. 2015. 'Facile in situ synthesis of silver nanoparticles on boron nitride nanosheets with enhanced catalytic performance', *Journal of Materials Chemistry A*, 3: 16663-69.

### KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Son, Minhyeok, Hyunseob Lim, Misun Hong, and Hee Cheul Choi. 2011. 'Direct growth of graphene pad on exfoliated hexagonal boron nitride surface', *Nanoscale*, 3: 3089-93.
- Surdu-Bob, C, G Musa, R Vladoiu, and CP Lungu. 2007. 'The synthesis of DLC using a novel cathodic arc technique: Gas-TVA', *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 9: 2660-62.
- Tamer, M., 2013, Nitratlı fonksiyonel malzemelerin (GaN/AlN/aInN/InGaN ) mozaik kusurlarının incelenmesi, Doktora tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, s. 111 (yayımlanmamış).
- Tang, CC, Yoshio Bando, Tadao Sato, and Keiji Kurashima. 2002. 'Uniform boron nitride coatings on silicon carbide nanowires', *Advanced Materials*, 14: 1046-49.
- Tarımcı, Çelik, and Hüseyin Sarı. 2006. *Vakum tekniği* (Seçkin Kitabevi).
- Thibault, Pierre, Martin Dierolf, Andreas Menzel, Oliver Bunk, Christian David, and Franz Pfeiffer. 2008. 'High-resolution scanning x-ray diffraction microscopy', *Science*, 321: 379-82.
- Thornton, John A. 1983. 'Plasma-assisted deposition processes: theory, mechanisms and applications', *Thin Solid Films*, 107: 3-19.
- Trivedi, Mahendra, and Gopal Nayak. 2015. 'Influence of biofield treatment on physical, structural and spectral properties of boron nitride'.
- Tüzemen, Eda. 2007. 'ZnO İnce Filmlerinin Eldesi and Aygıt Üretimi İçin Parametrelerinin Optimizasyonu', Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Çukurova Üniversitesi.
- Ulrich, S, E Nold, K Sell, M Stüber, J Ye, and C Ziebert. 2006. 'Constitution of thick oxygen-containing cubic boron nitride films', *Surface and Coatings Technology*, 200: 6465-68.
- Valsler, Ben. 2017. "Molybdenum disulfide." In.
- Vladoiu, R, G Musa, and I Mustata. 2003. 'Thermoionic vacuum arc- a new method of thin film deposition', *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 5: 325-30.
- Wenzel, Robert N. 1949. 'Surface roughness and contact angle', *The Journal of Physical Chemistry*, 53: 1466-67.
- Xu, N, JF Li, BL Huang, and BL Wang. 2014. 'Polycrystalline boron nitride constructed from hexagonal boron nitride', *RSC Advances*, 4: 38589-93.

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Yuan, S., Toury, B., & Benayoun, S. (2015). Novel chemical process for preparing h-BN solid lubricant coatings on titanium-based substrates for high temperature tribological applications. *Surface and Coatings Technology*, 272, 366-372.
- Yun, Won Seok, SW Han, Soon Cheol Hong, In Gee Kim, and JD Lee. 2012. 'Thickness and strain effects on electronic structures of transition metal dichalcogenides: 2H-M X 2 semiconductors (M= Mo, W; X= S, Se, Te)', *Physical Review B*, 85: 033305.
- Zhang, Fangqing, Yongping Guo, Zhizhong Song, and Guanghua Chen. 1994. 'Deposition of high quality cubic boron nitride films on nickel substrates', *Applied physics letters*, 65: 971-73.
- Zhao, Jun, Yongyong He, Yongfu Wang, Wei Wang, Liang Yan, and Jianbin Luo. 2016. 'An investigation on the tribological properties of multilayer graphene and MoS2 nanosheets as additives used in hydraulic applications', *Tribology International*, 97: 14-20.
- Zhou, Yong, Guoqing Liu, Xiangyi Zhu, and Yongcai Guo. 2017. 'Ultrasensitive NO2 gas sensing based on rGO/MoS2 nanocomposite film at low temperature', *Sensors and Actuators B: Chemical*, 251: 280-90.
- Zhao, Y., Wang, Y., Yu, Z., Planche, M. P., Peyraut, F., Liao, H., ... & Montavon, G. (2018). Microstructural, mechanical and tribological properties of suspension plasma sprayed YSZ/h-BN composite coating. *Journal of the European Ceramic Society*, 38(13), 4512-4522.
- Zisman, William A. 1964. 'Relation of the equilibrium contact angle to liquid and solid constitution', *Contact angle, wettability, and adhesion*, 43: 1-51.
- Zum Gahr, K-H. 1987. *Microstructure and wear of materials* (Elsevier).