

75422

**TİAİN, TİN TEK VE ÇOK KATLI KAPLAMALARIN
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji Mühendisi Oğuz ÇINAR

TEZİN ENSTİTÜYE VERİLDİĞİ TARİH : 19 OCAK 1998
TEZİN SAVUNULDUĞU TARİH : 9 ŞUBAT 1998

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Ali Fuat ÇAKIR

Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN

Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU

ŞUBAT 1998

ÖNSÖZ

Tez çalışmamın her aşamasında bana yol gösteren ve yardımlarını esirgemeyen değerli hocam Prof. Dr. Ali Fuat ÇAKIR'a ve değerli önerileri ile çalışmama katkıda bulunan hocam Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN'e bütün içtenliğim ile teşekkür ederim.

Çalışmalarım sırasında hiç düşünmeden yardımına koşan Metalurji Yüksek Mühendisi M. Kürşat KAZMANLI, Metalurji Yüksek Mühendisi O. Levent ERYILMAZ ve değerli dostum Metalurji Mühendisi Turan TAMBAŞ'a teşekkürü bir borç bilirim.

Çalışma sırasında Prof. Dr. Ali Fuat ÇAKIR yönetimindeki NATO Sfs TU-PVD Coatings, 1994 projesi çerçevesinde sağlanan karakterizasyon cihazları kullanılmıştır.

Ocak 1998, İSTANBUL

Oğuz ÇINAR

İÇİNDEKİLER

ŞEKİL LİSTESİ	vi
TABLO LİSTESİ	vii
ÖZET	vii
SUMMARY	ix
BÖLÜM 1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
BÖLÜM 2. YÜZEY KAPLAMA TEKNİKLERİ	3
2.1. Metalik Kaplamalar	4
2.1.1. Sıcak Daldırma	4
2.1.2. Sıcak Püskürtme	4
2.1.3. Elektrokaplama	5
2.1.4. Akımsız Metal Kaplama	5
2.1.5. Sementasyon	5
2.1.6. Yayınma ile Kaplama	5
2.1.7. Vakum Kaplama	5
2.1.8. İon Kaplama	5
2.1.9. İon Aşılama	5
2.2. Organik Kaplamalar	6
2.3. İnorganik Kaplamalar	6
2.3.1. Fiziksel Buhar Biriktirme (Fbb)	7
2.3.2. Kimyasal Buhar Biriktirme (Kbb)	7
2.3.3. Fiziksel-Kimyasal Buhar Biriktirme (Fkbb)	7
BÖLÜM 3. FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME (FBB) YÖNTEMLERİ	8
3.1. Buharlaştırma	8
3.1.1. Rezistans Buharlaştırma	8
3.1.2. Endüktif Buharlaştırma	8
3.1.3. Elektron Bombardmanı	9
3.1.4. Katodik Ark Yöntemi	9
3.2. Sıçratma	9
3.2.1. Diyot Sıçratma	9
3.2.2. Triyot Sıçratma	10
3.2.3. Manyetik Sıçratma	10

BÖLÜM 4. TiN, TiAlN TEK VE ÇOK KATLI KAPLAMA SİSTEMLERİ	11
4.1. TiN Kaplamalar	12
4.2. TiAlN Kaplamalar	12
4.2.1. TiAlN Kaplamaların Üretimi ve Özellikleri	13
4.2.2. TiAlN Kaplamaların Kullanım Alanları ve Diğer Kaplamalar ile Karşılaştırılması	15
4.3. Çok Katlı Kaplamalar	16
BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	18
5.1. Deneylerin Yapılışı	18
5.1.1. Numune Hazırlama	18
5.1.2. Kalınlık Ölçüm Deneyi	19
5.1.3. Dinamik Mikrosertlik Deneyi	20
5.1.4. Çizik Testi Deneyi	21
5.1.5. Yüzey Pürüzlülüğü Deneyi	22
5.1.6. Aşınma Deneyi	22
5.1.7. Kimyasal Analiz Deneyi	23
5.2. Deney Sonuçları	23
5.2.1. Kalınlık Ölçüm Deneyi	23
5.2.2. Dinamik Mikrosertlik Deneyi	24
5.2.3. Çizik Testi Deneyi	26
5.2.4. Yüzey Pürüzlülüğü Deneyi	29
5.2.5. Aşınma Deneyi	31
5.2.6. Kimyasal Analiz Deneyi	33
BÖLÜM 6. SONUÇLAR VE İRDELEMELER	34
KAYNAKLAR	36
ÖZGEÇMİŞ	38

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 2.1. Yüzey kaplama türleri.....	3
Şekil 3.1. Fiziksel buhar biriktirme yöntemleri.....	8
Şekil 5.1. Çok katlı numune için yük-derinlik ilişkisi.....	25
Şekil 5.2. Tek katlı numune için yük-derinlik ilişkisi.....	25
Şekil 5.3. Çizik deneyi sonucu grafikleri. a) çok katlı b) tek katlı.....	27
Şekil 5.4. Çizik testi sonucu numunelerin optik mikroskop görüntüleri. a) 6 katlı TiAlN-TiN b) tek katlı TiAlN.....	28
Şekil 5.5. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü sonucu numunelerin iki boyutlu yüzey görüntüleri. a) 6 katlı TiAlN-TiN b) tek katlı TiAlN.....	30
Şekil 5.6. Numunelerin mesafeye bağlı sürtünme katsayısı değerleri. a) çok katlı b) tek katlı.....	32

TABLO LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 5.1. Çok ve tek katlı kaplamalar için kaplama parametreleri.....	19
Tablo 5.2. Numunelerin kalınlık ölçüm deney parametreleri.....	20
Tablo 5.3. Mikrosertlik deney parametreleri.....	21
Tablo 5.4. Çizik testi parametreleri.....	22
Tablo 5.5. Aşınma deneyi parametreleri.....	22
Tablo 5.6. Kalınlık ölçüm deneyi sonucu kaplama kalınlıkları.....	23
Tablo 5.7. Mikrosertlik deney sonuçları.....	24
Tablo 5.8. Çizik testi kritik yük değerleri.....	26
Tablo 5.9. Yüzey pürüzlülüğü deney sonuçları.....	29

ÖZET

Sert seramik kaplamalar makine ile işleme, kesme ve delme işlemleri gibi uygulamalarda kullanımları gittikçe yaygınlaşan malzemelerdir. Geçiş metallerinin nitrür, karbür, karbonitrür ve borürleri esaslı seramik kaplamalar bu uygulamalarda kullanılan kaplamalardır.

Kesici takımların performansını artırmada kullanılan kaplamalar içinde TiN, CrN, TiCN ve TiAlN en genel kullanımı olan kaplama türleridir. Bu kaplamalar içinde TiAlN, en yeni geliştirilmiş ve makine ile işleme ve kesme işlemlerinde kullanımı gittikçe artan kaplamalardır.

TiN ile kıyaslandığında TiAlN, özellikle kesme işlemlerinde üstün özellikler sağlamaktadır. TiAlN yüksek sertliği ve düşük ısı iletkenlik özelliği ile ideal bir kaplama olmakla beraber, taban malzemeye yapışma özelliği TiN kadar iyi değildir.

Sert seramik kaplamaların kesme işlemlerinde kullanılan, aşınma özelliklerini geliştirmek amacıyla yapılan ve farklı seramik kaplamaların birarada kullanılması ile oluşturulan çok katlı kaplamalar son yıllarda kullanımı söz konusu olan kaplamalardır.

Bu çalışmada, iyi yapışma özelliği olan TiN'ün önce tabanda sonra ara tabakalarda ve TiAlN'ünde en üst tabakada kullanımı ile çok katlı TiAlN-TiN kaplamaya olan etkisi ve TiAlN'ün karakterizasyonu incelenmiştir. Bu amaçla kalınlık ölçüm deneyi, mikrosertlik deneyi, çizik testi, yüzey pürüzlülüğü ve aşınma deneyleri gerçekleştirilmiştir.

Yapılan deneyler sonucunda metal yüzeyine yapılan TiN kaplama ve ara TiN katmanların çok katlı sistemin yapışma özelliğini arttırdığı ve sertliğini bir miktar düşürdüğü görülmüştür.

SUMMARY

CHARACTERIZATION OF TITANIUM ALUMINIUM NITRIDE AND TITANIUM NITRIDE SINGLE AND MULTILAYER COATING SYSTEMS

In this century, according to the development of the technology, a lot of attention has been given to the development of hard and wear resistant coatings because of the industrial for new materials needs.

Related to the industrial advances, coatings and thin films became one of the major solutions of tribological problems.

Hard ceramic coatings are based on nitrides, carbides and borides of the transition metal elements provide surface with improved properties such as wear resistance, decorative appearance, optical and electrical-electronical properties and corrosion resistance.

In general, coating deposition techniques are divided into three groups: Metallic Coatings, Organic Coatings and Inorganic Coatings.

Metallic coatings are basically either metals or alloys. They are used for tribological application and as well as for corrosion protection. They are also extensively used for decorative aims.

Metal coatings are produced by for major techniques: Physical methods, Chemical methods, Mechanical methods, and electrochemical methods. All of these methods have various applications to many materials and places. Hot dipping, hot spraying, electrolytic coating, sementation vacuum coating and ion coating are the most important coating types which belong to this group.

Organic coatings are generally used for decorative purposes and corrosion protection. Polymers, which have self lubrication, low volume emission and economic production costs, are important tribological materials.

Inorganic coatings include ceramic coatings, glasses chromate coatings and phosphate coatings. Because of high wear resistance, good adhesion and friction

properties, and economical manufacturing specialties, hard ceramic coatings became one of the most important materials in the field of cutting and drilling applications.

Physical vapor deposition (PVD) process have the great importance in the development of such kind of coatings. PVD processes have the ability to deposit ceramic coatings over a large range of compositions.

PVD involves, in its simplest form, the vaporization of a metal or an alloy into a low pressure reaction chamber filled with a gas.

The vaporization of the target material can be done in a variety of ways such as electrical heating, electron beam bombardment and arc heating. The metal vapor reacts with the gas in order to form molecules which are then attracted towards a negative biased cathode on which they form the physical vapor deposition coating.

From field experience related to the production of ceramic coatings and their performance on cutting and drilling tools, titanium nitride emerged since more than a decade as the most widely accepted first generation ceramic coating.

Titanium nitride was first coated commercially on tools by the Chemical Vapor Deposition method. In the last decade it triggered the commercial break through of the physical vapor deposition coating process.

Titanium nitride is mainly used on high speed tools for metal cutting but has also found other tribological applications, such as in bearings, seals and as an erosion protection layer. Another important attraction with titanium nitride is its golden colour which has also forced its use in decorative applications.

The suitability of titanium nitride as a tribological coating is explained by its high hardness, good adhesion to steel substrates and chemical stability.

The ever increasing use of hard ceramic coatings had the benefit to familiarize users with the specific requirements imposed by the introduction of such coatings on cutting tools.

Titanium nitride hard coatings, despite their excellent mechanical properties, can not be used at elevated temperatures due to their poor chemical stability. At temperatures above 450°C, titanium nitride coatings are easily oxidized, resulting in titanium-based oxides, which are easily penetrated by oxygen. This extensive

oxidation leads to a loss of adherence of the coating and a rapid decrease in wear protection.

Additives such as Al, Zr and Si improve the mechanical properties of nitride coatings and may also improve the oxidation resistance. The introduction of these elements modifies the electron structure at the surface so that the affinity for the oxygen and elements from the workpiece is changed.

Titanium aluminium nitride can be used up to temperatures as high as 800°C. It forms a stable, protective Al_2O_3 surface layer on the outer surface in an oxidizing environment at temperatures above 700°C.

In consequence, the basis for the introduction of aluminium into the deposited film was to improve the oxidation behavior of the coating.

In previous works, the use of arc evaporation process has demonstrated the suitability of this technique for preparing TiAlN coatings and also confirmed the alloyed cathode as the best compromise to produce TiAlN films for industrial cutting tool applications.

The advantage of the arc evaporation process for producing TiAlN film by varying the aluminium content should permit the optimization of important criteria of the coating such as its hardness and its surface interaction with the machined material.

Service life advantages of TiAlN coatings, over TiN coatings under machining conditions, in particular at higher cutting speeds, was seen in previous works.

The physical vapor deposition technology is ideal to realize new coating concepts like multilayer coatings. The multilayer coatings meet many requirements (good adherence to metallic substrates, proper hardness to toughness ratio) for a composite exposed to complex wear conditions.

By using the physical vapor deposition technique, it is possible to prepare single layers of TiN, TiCN, TiAlN or with high numbers of these single layers.

The properties of a surface can be improved by covering it with a number of different surface layers. The three advantages of multilayer coatings are as follows.

1. Interface layers. These layers improve the adhesion of a coating to the substrate. They also cause a smooth transition from coating properties to substrate properties at the boundary of coating-substrate.
2. Large number of repeated layers. A lot of thin layers having different mechanical properties on each other the stress concentration in the surface and the conditions for crack propagation can be changed.
3. Diverse property layers. Surface properties can be improved by depositing layers of coatings that have different kinds of effects on the surface, like wear protection, thermal isolation and adhesion to the substrate.

TiAlN as a monolayer coating for cutting tools applies a high stress level to the interface and reduces the cutting performance. To solve the stress problem, a multilayer coating which have the TiN and TiAlN coating together can be used.

In this study, the aim is to investigate the properties of TiAlN coated high speed steels, their comparison with other hard ceramic coatings, their performance in cutting tool applications and the effect of TiN coating layer between substrate and TiAlN coating on the adhesion of the multilayer TiAlN-TiN coating to the substrate.

The approach following experiments were applied to the specimens: Calotest experiments, Ultra microhardness tests, Scratch tests, Surface profiling tests, Wear tests, and Chemical analysis tests.

To determine the coating thickness of coatings calotest was applied to the materials. According to the thickness of coatings, we also find the force which we have to apply to the coating during the microhardness test.

From the microhardness test results, it was determined that single layer TiAlN has greater hardness than multilayer TiAlN-TiN. This is because of the lower hardness of TiN compared to TiAlN.

According to the scratch test results, it can be stated that TiN affected the adhesion of TiAlN to the substrate positively. The critical load of multilayer coating have bigger values than single TiN coating. From these results we can say that TiN can be use as an interface layer in order to improve the adhesion of the coating.

During the scratch test, low acoustic emission signals were recorded.

The results of wear tests show that multilayer coating have a higher friction coefficient comparing with single TiN coating. In the beginning of the wear test of multilayer coating there is an increase and a decrease related to the effects of various layers of the coating.

The surface roughness of the coating increased with increasing aluminium content of the coating.



BÖLÜM 1.

GİRİŞ VE AMAÇ

Yüzyılımızda, gelişen teknolojiye bağlı olarak, endüstride ihtiyaçlara en etkili ve aynı zamanda en ekonomik yönden cevap verebilecek malzemelere gereksinim duyulmuş ve bu yönde sürekli çalışma gayreti içinde olunmuştur. Günümüzde teknolojik gelişimin gereği olarak mevcut ihtiyaçlar için mühendislik özellikler açısından en etkin, maliyet açısından ise en ekonomik malzemeler tercih edilmektedir.

Kaplamalar ve ince filmler, teknolojinin artan ihtiyaçlarına paralel olarak kullanımı gittikçe yaygınlaşan malzemeler olup, gerek mühendislik özelliklere gerekse ekonomik kullanıma etkileri sayesinde önem kazanmaktadır.

Kaplamaların son yıllarda en göze çarpan türlerinden biri olan sert seramik kaplamalar bilhassa kesici uç ve takımlarda kullanımı artan kaplamalardır. Geçiş elementlerinin nitrür, karbür, karbonitrür ve borür'lerinden oluşturulan sert seramik kaplamaların kaplandıkları taban malzemenin mühendislik özelliklerini iyileştirdiği yapılan çalışmalarda ortaya konmuştur.

Sert seramik kaplamaların endüstriyel anlamda en geniş kullanım alanı olanları TiN, CrN, TiAlN ve TiCN'dür. TiAlN, diğer kaplamalara nazaran, kesici ve delici uçlarda kullanımı daha fazla yaygınlaşan kaplamalardandır.

Sert seramik kaplamaların üretiminde çok fazla farklı yöntem mevcut olup, bu yöntemlerden fiziksel buhar biriktirme (FBB) tekniği bu çalışmada kullanılan yöntemdir.

Son yirmi yılda önemi artan fiziksel buhar biriktirme yöntemi ile çok farklı kompozisyonlarda sert seramik kaplama yapmak mümkün olmuş, yapılan bu farklı türdeki kaplamalar da kesici takımlarda kullanım olanağı bulmuştur [1].

Son yıllara değin, TiN söz konusu kaplamalar içerisinde en geniş kullanım alanına sahip olmakla birlikte birinci nesil seramik kaplama olarak kabul ediliyordu.

Seramik kaplamaların uygulama alanlarındaki ihtiyaçların, mühendislik özelliği daha yüksek malzemelere talebi artırması sonucu, yeni kaplama türlerine gereksinim duyulmuştur.

TiN latisinde metalik elementlerin üçlü seramik kaplamalar oluşturacak şekilde, yeni sert seramik kaplamalar geliştirilmesi sonucu (Ti,Al)N ve (Ti,Nb)N gibi ikinci nesil kaplamalar yaratılmıştır[1].

TiN ile kıyaslandığında sertliği daha yüksek ve ısı iletkenliği daha düşük olan TiAlN kaplamaların taban malzemeye yapışma özelliği daha zayıftır. Söz konusu kaplamaların mevcut özellikleri dolayısıyla yeni araştırmalara gerek duyulmuş ve olumlu özelliklerinin kombine edilerek yeni bir sert seramik kaplama geliştirilmesi fikri ortaya çıkmıştır.

Kesici takımlarda aşınma özelliklerini olumlu yönde artırmaya yönelik olarak geliştirilen bir metod da çok katlı kaplamalardır.

Bu çalışmada, TiAlN'ün mühendislik özelliklerinin incelenmesinin yanısıra, çok katlı TiAlN-TiN kaplamada TiN'ün, TiAlN'ün taban malzemeye yapışma etkisine olan katkısı ve bunun sonucunda da kaplamada gözlenen olumlu aşınma özellikleri gelişimi incelenmiştir.

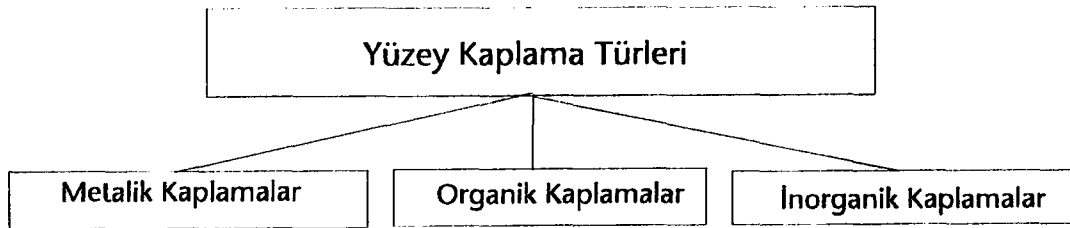
BÖLÜM 2.

YÜZEY KAPLAMA TEKNİKLERİ

Yüzey kaplama esas olarak bir malzemenin yüzey özelliklerinin istenilen amaca uygun olarak değiştirilmesi maksadıyla, başka bir malzemenin, numune yüzeyinde istenilen kalınlıkta bir tabaka meydana getirebilecek şekilde biriktirilmesidir. Genel olarak, kaplama işlemi malzeme yüzeyinin fiziksel, mekanik ve kimyasal özelliklerini değiştirmek amacıyla yapılır. Kaplama işlemlerinin uygulama alanlarını üç ana grup altında toplayabiliriz:

1. Mühendislik amaçlı kaplamalar.
 - a. Tribolojik amaçlı kaplamalar
 - b. Optik amaçlı kaplamalar
 - c. Elektrik-elektronik amaçlı kaplamalar
2. Korozyondan koruma amacına yönelik kaplamalar.
3. Dekoratif amaçlı kaplamalar.

Sözkonusu amaçlar doğrultusunda yapılan kaplamalara uygun olarak yüzey kaplama türlerini üç ana grupta toplayabiliriz (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. Yüzey kaplama türleri.

2.1 METALİK KAPLAMALAR

Metalik kaplamaları, metal ve alaşım kaplamaları şeklinde ikiye ayırmak mümkündür.

Bu kaplamalar temelde mühendislik amaçlı ve malzemenin korozyona karşı korunması için yapılmasına karşın, dekoratif amaç da bu kaplamaların temel özellikleri arasındadır.

Metalik kaplamalar; fiziksel metodlar, mekanik metodlar, kimyasal metodlar ve elektrokimyasal metodlar olmak üzere endüstriyel uygulamada yer edinmiş, dört grupta toplanabilir:

1. Fiziksel metodlar: Sıcak daldırma, yayınma ile kaplama, vakum kaplama, katodik saçınım, ion kaplama, ion aşılama.

2. Mekanik metodlar: Metal giydirme, sıcak püskürtme.

3. Kimyasal metodlar: A) Yüksek sıcaklıkta uygulanan metodlar: Değişimle, kimyasal indirgeme ile, ısı ayrışım ile. B) Düşük sıcaklık metodları: Kimyasal indirgeme, sementasyon, akımsız kaplama.

4. Elektrokimyasal metodlar: Elektrokaplama(Elektrokimyasal kaplama).

Mevcut teknikler çok çeşitlilik arz etmelerine karşın, uygulamadaki ekonomik önemleri gözönünde bulundurulduğunda, belirli bir kaç yöntem göze çarpmaktadır.

2.1.1 Sıcak Daldırma

Kaplanacak metal ile kaplama metali arasındaki reaksiyonun alaşım tabakaları oluşturması sonucu kaplama metali ile alt metal arasında fiziksel bir bağlantı sağlanması prensibine dayanan bu yöntem, yaygın ve ucuz bir metal kaplama yöntemi olup, genelde çeliğe çinko, alüminyum, kurşun bakıra kalay kaplamada kullanılır.

2.1.2 Sıcak Püskürtme

Sıcak metalin zerrecikler halinde metale püskürtülerek orada donması ve zemine mekanik olarak bağlanması prensibine dayanan bu yöntemle, çinko ve alüminyum başta olmak üzere kurşun, kalay, bakır, paslanmaz çelik kaplanır.

2.1.3 Elektrokaplama (Elektrolitik Metal Kaplama)

Yüzeyi metal kaplanacak olan parçanın, uygun bir çözeltide katot yapılarak buraya erişen metal ionlarının elektron alarak indirgenmesi ve metal haline geçerek parçanın yüzeyini örtmesi esasına dayanır.

2.1.4 Akımsız Metal Kaplama

Kaplanacak metal ionlarını ve bir indirgeyiciyi içeren çözeltiye daldırılan metalin yüzeyinde indirgenme reaksiyonu meydana gelmesi ve bu şekilde metalin kaplanması esasına dayanan söz konusu yöntemle özellikle nikel, bakır, kobalt, kalay, gümüş kaplanmaktadır.

2.1.5 Sementasyon

Kaplanacak olan metalin, kendisinden daha asil bir metalin ionlarını içeren bir çözeltiye daldırılması sonrası, metal yüzeyinde asil iyonların metalden elektron alarak indirgenmesi ile metal kaplama söz konusu olmakta ve genelde çelik üzerine bakır, bakır üzerine gümüş bu yöntemle kaplanmaktadır.

2.1.6 Yayınma ile Kaplama

Kaplanacak metali tozunun ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta kaplanacak metal ile temas ettirilmesi sonucu, metalin kaplanacak metale yayınması ile malzeme yüzeyinin kaplanması gerçekleşir.

2.1.7 Vakum Kaplama

Ergitilmiş metalin vakum ortamında, kaplanmak istenilen soğuk yüzeyle temas ettirilmesi sonucu, metal yüzeyin her tarafını kaplar. Yöntem hem metalik, hem de metalik olmayan yüzeylerin kaplanmasında kullanılmaktadır.

2.1.8 İon Kaplama

Kaplama işlemi vakum altında yapılır. Yüksek enerjili iyon bombardımanı altında yüzey hem temizlenir hem de kaplanır.

2.1.9 İon Aşılama

Vakum altında yapılan bir başka kaplama türüdür. İonize edilmiş partiküllerin metal yüzeyine gömülerek yüzeyin fiziksel ve kimyasal özelliğini değiştirmesi prensibine dayanır.

2.2 ORGANİK KAPLAMALAR

Organik kaplamaları temelde dört ana gruba ayırmak mümkündür:

1. Boyalar ve cilalar.
2. Vernikler ve fırınlanmış emayeler.
3. Ziftli kaplamalar.
4. Plastik kaplamalar (Yüksek Polimer Kaplamalar).

Organik kaplamalar genel olarak dekoratif ve korozyondan korunma amacıyla kullanılmalarının yanı sıra özellikle yüksek polimer kaplamalar tribolojik özellikleri geliştirmek amacıyla da kullanılırlar.

Polimerler iyi aşınma ve korozyon dirençleri, kendinden yağlanma özellikleri, düşük ses emisyonu ve üretimlerinin ucuz olması dolayısıyla önemli tribolojik malzemelerdir.

2.3. İNORGANİK KAPLAMALAR

İnorganik kaplamaları; seramik kaplamalar, camlar, değişim kaplamalar (anodik oksidasyon, kromat kaplamalar, fosfat kaplamalar), camlı emayeler gibi çeşitli gruplara ayırmak mümkündür. Söz konusu türler içerisinde iyonik kaplama yöntemi ile üretilen seramik kaplamalar grubu içinde yer alan sert seramik kaplamalar yüksek aşınma dirençleri ve sürtünme özellikleri, iyi yapışma özellikleri ve kolay ve ekonomik üretilebilmeleri gibi faktörlere bağlı olarak kesici ve delici uçların kaplanması için kullanılmaya başlanmaları ile birlikte önem kazanmışlardır. Sert seramik kaplamaların üretiminde buhar fazından, vakum altında yapılan kaplamalar sahip oldukları özellikleri sebebi ile sıkça tercih edilmektedirler. Bu özellikleri şu şekilde sıralayabiliriz: Vakum sistemleri ile beraber üretimlerinde düşük maliyetleri, çok ince ve yüksek saflıkta kaplama yapabilmeleri, kaplamaların iyi yapışma özelliğine sahip olması ve kaplama malzemesinin seçiminde geniş bir tercih aralığı bulunması[2].

Buhar fazından yapılan kaplamaları üç ana grupta toplayabiliriz:

1. Fiziksel buhar biriktirme (FBB).
2. Kimyasal buhar biriktirme (KBB).
3. Fiziksel-kimyasal buhar biriktirme (FKBB).

2.3.1 Fiziksel Buhar Biriktirme (FBB)

Yüksek vakum altında (10^{-6} ile 10Pa) malzemenin buharlaştırılarak numune yüzeyinde biriktirilmesidir. Fiziksel buhar biriktirme yöntemi buharın oluşturulma şekline göre buharlaştırma ve sıçratma olarak ikiye ayrılır. Buharlaştırma yönteminde termal, ark ve iyon demeti gibi ısı kaynakları yardımı ile malzeme buhar haline getirilir. Sıçratma da ise, malzeme pozitif ionlarla bombardıman edilerek yüzeyden atomlar sıçratılır ve buhar kaynağı olarak kullanılır. Fiziksel buhar biriktirme, kimyasal buhar biriktirmeye kıyasla, genelde tüm malzemelere uygulanabilirliği, kaplama işlemi sonrası herhangi bir bitirme işlemine gerek duymaması, biriktirme kalınlığının kontrol edilebilirliği ve malzemede yüksek sıcaklıkta çalışmadığı için çarpılma meydana getirmemesi gibi özellikleri sayesinde tercih edilen bir yöntemdir[2].

2.3.2 Kimyasal Buhar Biriktirme (KBB)

Kimyasal buhar biriktirme yöntemi, vakum altında (65Pa ile 0.1MPa) yapılan, malzemenin bir reaksiyon hücresi içerisine buhar olarak gönderilip numune yüzeyinde biriktirilmesi prensibine dayanan, bir yüzey kaplama tekniğidir. Fiziksel buhar biriktirmeye nazaran, yüksek sıcaklıklarda çalışma ihtiyacı uygulama alanını kısıtlamaktadır.

2.3.3 Fiziksel-Kimyasal Buhar Biriktirme (FKBB)

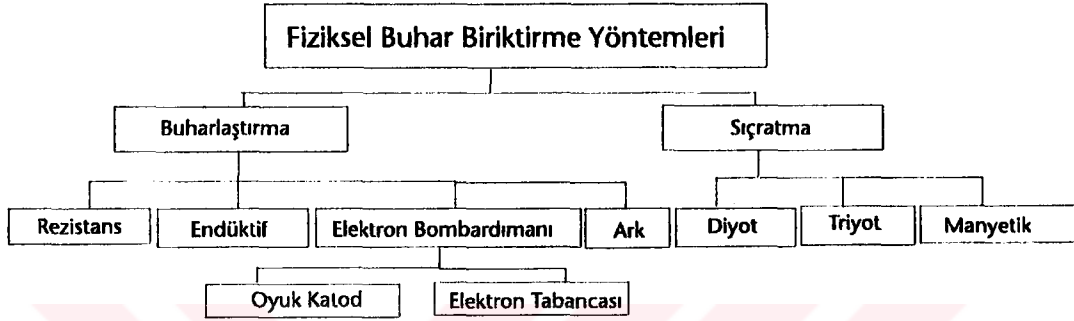
Sözkonusu her iki tekniğin karışımı olup, kimyasal buhar biriktirme işlemini harekete geçirmek için akkor halinde boşalma (glow-discharge) plazma kullanılır.



BÖLÜM 3.

FİZİKSEL BUHAR BİRİKTİRME(FBB) YÖNTEMLERİ

Fiziksel buhar biriktirme yöntemleri Şekil 3.1’de gösterilmiştir.



Şekil 3.1. Fiziksel buhar biriktirme yöntemleri[3].

3.1 BUHARLAŞTIRMA

Buharlaştırma yöntemi, malzemenin termal ısı kaynağı yardımı ile buhar haline getirilerek vakum altında kaplanması esasına dayanmaktadır. Bu metod buharlaştırmının oluşturulma şekline göre incelenebilir.

3.1.1 Rezistans Buharlaştırma

Yüksek sıcaklıklara dayanıklı potalara sarılmış rezistans telleri yardımı ile malzemenin ısıtılıp buharlaştırılması ile gerçekleşen bir yöntemdir. Burada genelde molibden veya volframdan ya da titanyum diborür/bor nitrür gibi metallerarası bileşiklerden yapılmış potalar kullanılmaktadır. Söz konusu buharlaştırma alüminyum, bakır, gümüş ve kurşun gibi düşük ergime sıcaklıklarına sahip malzemeler için uygun bir yöntemdir.

3.1.2 Endüktif Buharlaştırma

Buharlaştırmanın indüksiyon ile yapılmasına dayanır. Pota içindeki malzeme radyo-frekansı akımı uygulanarak buharlaştırılır. Ergime sıcaklığı 2100°C'ye kadar olan tüm malzemelere uygulanabilir. Yüksek maliyeti ve radyo-frekans güç kaynağının sağlanması temel dezavantajlarıdır.

3.1.3 Elektron Bombardmanı

Malzemenin, bir elektron kaynağı tarafından sağlanan elektronlarla bombardımana tutularak buharlaştırılmasına dayanır. Yüksek ergime sıcaklıklarına sahip (>4000°C) malzemeler bu metotla buharlaştırılabilmektedir. Elektronların yönlendirilebilmesinin getirdiği avantajla düzenli buharlaşma oluşturan bir bombardıman yapılabilir. Elektronlar, elektron tabancası ve oyuk katod kullanılarak üretilirler.

3.1.4 Katodik Ark Yöntemi

Katodik ark yöntemi, vakum uygulanan bir hücre içerisinde, kaplanacak malzeme ile hücre arasında, yüksek akım ve düşük voltaj değerine sahip bir potansiyelin uygulanması suretiyle gerçekleştirilir. Anot ile katod arasından akımın geçişi sırasında katod yüzeyinde ark izi (spot) oluşur ve malzeme buharlaşır. Ark izinin yaklaşık 10ns devam ettikten sonra sönüp yandaki farklı başka bir bölgeye atlaması ile buharlaşma düzenli bir şekilde devam eder. Buharlaştırma sırasında droplet adı verilen sıvı kütlelerinin malzeme yüzeyinden koparak kaplanacak malzeme üzerinde birikmesi yöntemin temel dezavantajıdır. Bunun yanı sıra, düşük biriktirme sıcaklığı (<500°C) ve kaplama yoğunluğu ile yapışmayı olumlu yönde etkileyen yüksek ionizasyon özelliği sayesinde tercih edilen bir yöntemdir.

3.2 SİÇRATMA

Sıçratma, kaplama malzemesinin artı yüklü iyonlar ile bombardıman edilerek yüzeyden atomların sıçratılarak hedef numunenin kaplanması işlemi olarak tanımlanabilir. Yöntemin temel avantajı alaşımların, bileşimlerini muhafaza ederek, buharlaştırılıp kaplanabilmesidir. Ayrıca, kaplama yüzeyinde sıvı kütlelerin oluşumu gibi hataların meydana gelmesi engellenir. Sıçratma üç ana başlık altında incelenir[4].

3.2.1 Diyot Sıçratma

Karşılıklı iki elektrod arasına uygulanan bir potansiyelin oluşturduğu elektron akışının, ortama verilen bir gaz (genellikle argon kullanılır) yardımıyla atom-elektron çarpışmasını sağlaması yöntemin temel prensibidir. Kaplama malzemesi su soğutmalı katot, kaplanacak malzeme ise anottur. Düzgün bir kaplama kalınlığı sağlar ve basit bir yöntemdir. Biriktirme basıncı 5×10^{-3} - 10^{-1} torr ve sıcaklığı 100 - 300°C ' dir[5].

3.2.2 Triyot Sıçratma

Triyot sıçratma, diyot sıçratmada yüksek çalışma basıncı yüzünden oluşan yapısal safsızlıkların oluşumundan hareketle, elektron yaymak üzere katot ve anot arasına bir filaman yerleştirilmesi suretiyle gerçekleştirilir. Bu yöntemle yüksek biriktirme hızlarına (0.05 - $0.5 \mu\text{m dak}^{-1}$) ulaşılır. Fakat geniş yüzeyler üzerine düzenli bir kaplama yapma zorluğu vardır.

3.2.3 Manyetik Sıçratma

Manyetik sıçratma da oluşturulan elektronlar bir manyetik alan yardımı ile katot yüzeyine doğru yönlendirilerek elektron atom çarpışmasının yüzeye daha yakın yerlerde meydana gelmesi sonucu oluşan iyonizasyonun çalışma etkinliğini artırması sağlanır. Düşük biriktirme basıncı (10^{-5} - 10^{-3}) ve yüksek biriktirme hızları (0.2 - $2 \mu\text{m dak}^{-1}$) sağlanır.

BÖLÜM 4.

TiN, TiAlN TEK VE ÇOK KATLI KAPLAMA SİSTEMLERİ

IV.b grubu metallerin sert nitrürleri gösterdikleri altın sarısı renklerin yanısıra stokiometrik kompozisyonlarının değişimine bağlı olarak bronz, kahverengi, koyu mavi ve fîme renklerde de elde edilmekte, böylece de dekoratif amaçlı kaplamalar olarak ön plana çıkmaktadırlar. Kısa bir tarihi gelişimin ardından bu kaplamalar optik, mekanik ve elektronik amaçlar doğrultusunda kullanılmaya başlanmışlardır [6].

TiN'ün bilinen en eski referansı toz halinden elde edildiği 1912 yılıdır. Sonraki yıllarda gaz fazından çeşitli nitrürlerin oluşturulması mümkün olmuştur. 1948-1953 yılları arasında, bu kaplamalara olan ilgi artmış ve özellikle kimyasal buhar biriktirme yöntemi ön plana çıkmıştır. Viyana'da Kieffer ve arkadaşları titanyum sistemlerinde ilk üçlü fazları (TiC-TiN-TiO, ZrO-ZrN-ZrC ve HfO-HfN-HfC) incelemişlerdir[6].

Kimyasal buhar biriktirmenin işlem olarak çok yüksek sıcaklıklarda kaplama oluşturmaya olanak sağlaması, sınırlı sayıda taban malzemeye uygulanabilirliğini ortaya çıkarmıştır. Bu nedenle 1960-1970 yılları arasında özellikle sementit karbür kaplamaların yaygınlaşması sırasında kimyasal buhar biriktirme geniş uygulama alanı bulamamıştır.

1970'lerin başından itibaren düşük işlem sıcaklıklarının ön plana çıkmasıyla fiziksel buhar biriktirme metodları incelenmeye başlamıştır. İlk olarak TiN ve TiC kaplamalar elde edilmiştir[6]. Düşük biriktirme hızları ve pahalı seramik hedef malzemelere bağlı olarak metalik titanyumun kullanıldığı reaktif metodlar daha önem kazanmıştır.

Bu yöntemlerden biri olan katodik ark biriktirme yöntemi özellikle kesici takımların kaplanmasıda önem kazanmıştır[7].

4.1 TiN KAPLAMALAR

TiN endüstride kullanılan cihazlara ilk olarak kimyasal buhar biriktirme (KBB) metoduyla kaplanmıştır. Son 20 yılda ise fiziksel buhar biriktirme (FBB) yöntemleriyle kaplanması daha da yaygınlaşmıştır. Özellikle kesici ve delici uçlarda kullanılmak üzere yüksek hız çeliklerine kaplanmış, diğer yanda farklı tribolojik uygulamalar içinde kaplanması söz konusu olmuştur. TiN'ün bir diğer önemli çekici özelliği altın sarısı rengi dolayısıyla dekoratif uygulamalarda tercih ediliyor olmasıdır. TiN'ün tribolojik amaçlı kaplama olarak kullanılmasının genel anlamda en önemli sebepleri yüksek sertliği, çelik malzemelere iyi yapışma özelliği ve kimyasal stabilitesidir.

Taban malzeme ve kaplama arasında düşük yapışma özelliği olan durumlarda, düşük kimyasal bağlanma, tabakalar arası kötü mekanik temas özelliği, düşük kırılma tokluğu ve yüksek iç gerilmeler gözlenmektedir[3].

TiN kimyasal stabilitesi sebebiyle zayıf asitlere karşı yüksek direnç göstermekte, düşük sürtünme ve yüksek aşınma özelliği göstermektedir. Bu sebeple TiN kaplamalar kesici takımlarda oldukça yüksek kullanım alanı bulmaktadırlar.

4.2 TiAlN KAPLAMALAR

Katodik ark yöntemiyle üretilen TiN filmler endüstriyel uygulamalarda iyi sonuçlar vermelerine karşın yeni geliştirilen kaplamalarla daha iyi performanslar elde edilebileceği düşünülmüş bu sebeplede TiAlN kaplamalar üzerinde yoğunlaşmıştır [8].

TiN'e alternatif olarak geliştirilen TiAlN ince filmlerde Al kullanılmasının ilk baştaki temel sebebi kaplamanın oksidasyon direncini geliştirmek üzerinedir.

Munz, yaptığı çalışmada Al miktarının artmasına bağlı olarak oksidasyon direncinin arttığını gözlemiştir. Yapılan çalışmada, TiN'ün 300-400 °C'de okside olmasına karşılık TiAlN 750 °C'ye kadar dayanıklıdır; bunun sebebi ise TiAlN'de yüzeyi daha fazla oksidasyondan koruyan Al₂O₃ koruyucu amorf tabakanın mevcut olmasıdır [8].

Knotek, yüksek hız çelikleriyle yaptığı delme testlerinde TiAlN kaplı malzemelerin TiN kaplı malzemelerden üç kat daha iyi performans gösterdiğini ortaya koymuştur[8].

Molarius, %17 Alüminyum kompozisyonundaki TiAlN'ün üstün mekanik özellikler gösterdiğini yaptığı çalışmasında belirtmiştir[8].

TiAlN filmlerin üretilmesinde kullanılan katodik ark biriktirme yönteminde alaşımlı katodun buharlaştırma kaynağı olarak kullanılması olumlu sonuçlar vermiştir. Ark buharlaştırma işleminde Alüminyum içeriğinin değişmesine bağlı olarak kaplamanın taban malzemeye göre ısıl genişlemesinin kontrolü, sertliği ve işlendiği malzemeyle yüzey temasında olumlu sonuçlar verdiği görülmüştür[8].

TiAlN kaplamalar yüksek kesme hızlarında TiN kaplamalara göre daha yüksek performans göstermekte ve bu yüzden de endüstriyel servis koşullarında avantaj sağlamaktadırlar.

4.2.1 TiAlN Kaplamaların Üretimi ve Özellikleri

TiAlN kaplamalar, tüm diğer yeni kaplamalar gibi ark tekniği ile yüksek biriktirme hızlarında üretilmektedirler. Kaplama işlemi sırasında bir miktar Alüminyum kaybı olabilmektedir[9].

TiN ile kıyaslandığında, TiAlN'de Alüminyum artışına bağlı olarak biriktirme hızları artmaktadır. Ark tekniğinde, daha büyük katodlar ile daha geniş alanda daha fazla düzgün dağılmış kaplama kalınlığı elde etmek mümkündür.

TiAlN kaplamaların hazırlanmasında en uygun tekniğin ark buharlaştırma tekniği ve alaşımlanmış katod kullanılması olduğu yapılan çalışmalarla ortaya konmuştur[10].

TiAlN kaplamalarda özellikler Alüminyum içeriğine oldukça bağlıdır. Alüminyum miktarındaki artışa bağlı olarak pürüzlülük artmaktadır[9].

Alüminyum miktarındaki artma sonucu yüzey kalitesi bozulmaktadır. Bunun da sebebi ark kaplamalarda düşük ergime sıcaklığına sahip metallerin yüksek miktarda damlacık oluşturmalarıdır[9].

Yapılan deneylerde kaplamadaki Alüminyum içeriğinin artmasına bağlı olarak yüzey pürüzlülüğünün artması görülmüş olmakla beraber, bu sonuçlara teorik olarak iyi bir açıklama getirebilmek mümkün olmamıştır. Düşük ergime sıcaklığına sahip malzemelerin ark buharlaştırma sırasında oluşturduğu yüksek damlacık oluşumundan doğan yüksek yoğunluklu makropartiküller, gözlenen yüzey pürüzlülüğündeki artışın tek sebebi olarak ortaya konulamaz[8]. Gerçekleştirilen çalışmalar sonucunda elde edilen verilere göre, taban yüzeyinde yoğunlaşan partiküllerin sayısı ve boyutu, uygulanan bias voltajından direk olarak etkilenmez.

Kaplamanın yüzey pürüzlülüğündeki artış sebebiyle, farklı Alüminyum içeriklerine sahip ince filmlerin çizik testleri sonucu elde edilen yapışma değerlerinin bulunmasında, kritik yüklerin hesaplanması oldukça zorlaşmaktadır. Buna göre %20 Alüminyum içeriğine sahip bir TiAlN filminin yapılan deneyler sonucu 40-55N arasında kritik yük değerleri verdiği görülmüştür. Aynı malzeme için yapılan sertlik deneylerinde 2000-2200 Vickers arasında değerler elde edilmiştir[8].

TiAlN kaplamaların üretiminin söz konusu olması durumu, TiN kaplı takımların en yararlı kullanıldığı alan olan kesme ve delme operasyonları sırasında elde edilen sonuçlara göre gündeme gelmiştir. Bu operasyonlarda, kaplamalar işlenen parçanın yüzey bitirme özelliğini artırmakta, çalışılan bölge ile takım malzemesi arasındaki sürtünmeyi düşürmekte ve işlemden kullanılan malzemenin ısınmasını azaltmaktadır. Yüksek kesme hızları ve besleme oranlarıyla üretilebilirlik artmaktadır. Buna karşın, TiN kaplamalar kimyasal ve abrasif aşınma mekanizmalarının kombinasyonu olan aşınmaya maruz kalmaktadır. TiN, 600°C'nin üzerinde TiO₂ oluşturacak şekilde çok çabuk okside olabilmektedir ki, sonuçta oluşan bu oksitte kesme işleminde oluşan çapakların mekanik etkisiyle kesilip kopmaktadır[11]. Bu şekilde kaplamanın aşınması çelik taban malzemeyi daha fazla ısınma, oksidasyon ve aşınma gibi etkilere maruz bırakmaktadır. Çalışılan uçta aşırı ısınma oluşması aynı zamanda, üzerinde çalışılan malzemedeki elementlerin difüzyonu sonucu kaplamanın özelliğini bozmaktadır. Bu yüzden daha fazla oksidasyon direncine sahip üçlü kaplamaların (Ti,X)N geliştirilmesi gereği ortaya çıkmıştır. Burada kullanımı söz konusu olan X elementi için Alüminyumun uygunluğu, kesme ve makine ile işleme operasyonlarında kullanım durumuna göre, iyi sonuçlar vermektedir[1].

TiAlN filmler yoğun ve kompakt bir yapıda oluşurlar. Ark biriktirme sonucunda oluşmuş TiAlN filmlerin kırılma sonucu taramalı elektron mikroskobu ile elde edilen görüntülerinde kolonsal yapılar gözlenmiştir. Yapılar incelendiğinde, bias

voltajının etkisi dolayısıyla görülebilir, Alüminyum içeriği etkisi yapıda gözlenmemektedir. Bias voltajının artmasına paralel olarak yüzey yapısının düzlemsel bir hal aldığı görülmektedir[8].

TiAlN kaplamaların sayılan özelliklerine ek olarak, sertliğinin yanısıra, bu kompozit filmler kenar kırılabilirliği göstermemekte ve bu yüzden de fasıllı kesme işlemlerinde kenar çapağı oluşturmada kullanılabilmektedirler[8].

TiAlN kaplamaların Alümina bilya kullanılarak yapılan aşınma deneylerinde 0.68 sürtünme katsayısı değeri elde edilmiştir[9].

Kaplamaların yapışma özelliğini belirlemek için yapılan çizik testi deneylerinde, yaklaşık olarak %30 Alüminyum içeriğine sahip bir malzemede kritik yük değeri (L_c) 26N olarak hesaplanmıştır[9].

4.2.2. TiAlN Kaplamaların Kullanım Alanları ve Diğer Kaplamalar ile Karşılaştırılması

Karşılaştırmalı olarak yapılan kesici takım deneylerinde, TiAlN kaplamaların titanyum alaşımları, paslanmaz çelikler ve nikel esaslı süperalaşımlar gibi makine ile işlenmesi zor, kesme ve delme işlemlerinde takımların kesici uçlarında yüksek sıcaklık oluşturmaya meyilli ve düşük ısı iletkenliğe sahip olan bu malzemelerde üstün performans gösterdiği ortaya çıkmıştır[10].

Endüstriyel uygulamada kullanılan TiN filmlerin tek başına kullanıldığında, kesici takım uygulamalarında tek çözüm olamayacağı görülmüştür. TiN filmler, tüm avantajlarına rağmen, nikel esaslı süperalaşımlar, titanyum ve titanyum alaşımları, paslanmaz çelikler ve dökme demirler ile makine ile işlemede kullanıldığında, tatmin edici sonuçlardan uzak neticeler alınmıştır. Bu uygulamalarda TiN'ün oksidasyon direncinin yeterli olmadığı görülmüştür. Sonuçta, biriktirilen filmler içine Alüminyum ilave edilmesinin birincil sebebi, kaplamanın oksidasyon direncini artırmaktır.

TiN filmler alışılmış kesme uygulamalarında halen tercih edilen kaplamalar olmakla beraber, TiAlN filmler makine ile işlenmesi zor malzemelerdeki uygulamalarda TiN ve TiCN filmlere tamamlayıcı çözümler olarak ortaya çıkmaktadır[10].

Gerçekleştirilen performans testleri sonucu, yüksek Alüminyum içeriğine sahip TiAlN filmlerin kesici takım uygulamalarında oldukça iyi sertlik ve yeterli süneklik değerlerine sahip olduğu görülmüştür. %25-30 Alüminyum içeriğine sahip

kaplamaların, TiN ve TiCN kaplamalara kıyasla, sert malzemelerin işlenmesinde üstün performansları gözlenmiştir[10].

Titanyum ve alaşımlarının kesme ve delme işlemlerinde, TiAlN kaplamalar, TiN kaplamalara nazaran, takım malzemesinin kullanılma ömrünü 2.5 kat daha fazla oranda artırmıştır[8].

Çökelme sertleştirilmesiyle üretilen malzemelerin kesme işlemlerinde, TiAlN kaplamaların yüzeyden metal uzaklaştırma hızını, TiN kaplamalara göre, 1.33 kat daha fazla oranda artırdığı görülmüştür[8].

TiAlN kaplamaların aşınma direncinin, Alüminyum miktarının artışına bağlı olarak arttığı, karşılaştırmalı testlerle belirlenmiştir[12].

Kaplama yapısına bağlı olarak, AlN yüzey tabakasına sahip TiAlN kaplamaların kesme testlerinde iyi performans gösterdiği görülmüştür. Bu tip kaplamalar aynı zamanda düşük poroziteye sahip olmakla beraber, TiN ve diğer kaplamalara nazaran çok daha iyi korozyon direncine sahiptirler[12].

4.3 ÇOK KATLI KAPLAMALAR

Çok katlı kaplamaların ortaya çıkmasının temel nedeni, bir yüzeyin özelliklerinin geliştirilmesinde farklı yüzey tabakalarının bir arada kullanılmasıyla olumlu sonuç alınacağı fikrinin düşünülmesinden kaynaklanmıştır. Çok katlı kaplamaların avantaj sağlamasının üç temel sebebi vardır.

1. Ara yüzey tabakaları : Bu tabakalar kaplamanın taban malzemeye yapışma özelliğini artırmakta ve kaplama-taban malzeme sınırında yumuşak bir geçişe sebep olarak kaplamaya olumlu etki etmektedir.
2. Tekrarlanan tabakaların yüksek sayıda olması : Farklı mekanik özellikteki çok sayıda ince filmin biriktirilmesi yüzeydeki gerilim konsantrasyonunu düşürmekte ve çatlak ilerlemesini engelleyici yönde etki etmektedir.
3. Farklı özellikteki tabakalar : Yüzeyin özellikleri, yüzeyde farklı etkiler gösterecek, birbirinden ayrı özelliklere sahip kaplamaların biriktirilmesiyle geliştirilebilir. Bu özelliklere örnek olarak korozyondan korunma, aşınmayı önleme, ısı izolasyon, elektriksel iletkenlik, difüzyon engeli ve taban malzemeye yapışma özellikleri sayılabilir.

Günümüzde, çok katlı kaplamalar farklı uygulamalarda kullanılmaktadırlar. Kimyasal buhar biriktirme yöntemiyle üretilenler koruyucu amaçlı kaplamalar olup 3 ila 13 tek tabakadan oluşmaktadırlar. Fiziksel buhar biriktirme yöntemiyle oluşturulanlar, TiN, TiC, Ti(CN) ve TiAlN tek tabakalarından oluşturulmakta ve 5 μm kalınlığa kadar kaplamalar yapılabilmektedir[13].

TiAlN'ün kesici takımlarda tek katlı kaplama olarak kullanılması uygulamasında ara yüzeyde yüksek gerilim seviyesi ortaya çıkmakta, bu da kesme performansını düşürmektedir. Bu gerilim problemini çözmek için çok katlı bir TiAlN kaplaması kullanılmıştır[14].



BÖLÜM 5.

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

TiAlN-TiN (Çok katlı) ve TiAlN (tek katlı) kaplı yüksek hız çeliği malzemeleri mekanik özelliklerini tesbit etmek, TiAlN kaplamanın diğer kaplamalara nazaran sahip olduğu üstünlükleri ve eksiklerini öğrenebilmek, TiAlN-TiN çok katlı kaplamanın tek katlı TiAlN kaplamaya nazaran sağladığı avantaj ve dezavantajları belirleyebilmek ve TiN kaplamanın çok katlı kaplamaya olan etkisini inceleyebilmek amacıyla sıralanan deneyler gerçekleştirilmiştir.

1. Kalınlık ölçüm (kalotest) deneyleri
2. Dinamik mikrosertlik deneyleri
3. Çizik testi deneyleri
4. Yüzey pürüzlülüğü deneyleri
5. Aşınma deneyleri
6. Kimyasal analiz deneyleri.

5.1 DENEYLERİN YAPILIŞI

5.1.1 Numune Hazırlama

Taban malzemesi olan yüksek hız çeliği numunelerin yüzeyleri standart metalografik tekniklerle hazırlanmış, nihai parlatma işlemi 1 µm'luk elmas aşındırıcı ile gerçekleştirilmiştir. Numuneler sıcak alkali banyosunda ultrasonik yöntemle yağdan arındırılmış ve deionize suda durulanmıştır. Propanol ve trikloretilen banyosuna daldırılan malzemeler, NATO-TU-PVD kaplamalar projesi dahilinde proje ortaklarından TiN-KAP Ltd. Şti.'inde NNV 4 Arc-PVD kaplama ünitesinde, 6 kat TiAlN-TiN ve tek kat TiAlN şeklinde kaplanmışlardır. Kaplama işlemi sırasında kullanılan parametreler Tablo 5.1'de verilmektedir.

Tablo 5.1. Çok ve tek katlı kaplamalar için kaplama parametreleri.

	TiN Kaplama	TiAlN Kaplama
ISITMA VE TEMİZLEME		
İnfrared ışınları ve metal iyonları	500-1200 V. BIAS, 5 dak.	
KAPLAMA		
Zaman	İstenen tabaka kalınlığına göre değişmekte	
N ₂ Basıncı (torr)	5 . 10 ⁻³	5 . 10 ⁻³
Sıcaklık (°C)	400-440	
BIAS (V)	140-200	
Akım (A)	70	Ti için 70 Al için 50
Numune durumu	Düzlemsel, çevrimsel	

5.1.2 Kalınlık Ölçüm Deneyi

Kalınlık ölçüm deneyi Eifeler Nord Coating Caloprep kalınlık ölçüm cihazıyla yapılmıştır. Çapı bilinen bir bilyanın kaplama üzerinde döndürülmesi sonucu taban malzeme üzerindeki kaplama bir daire oluşturulacak şekilde aşındırılmakta ve bu işlem sırasında elmas pasta kullanılmaktadır. Kaplama yüzeyinde aşınmayı sağlayacak olan bilya hareketi, dönme hızı ve süresi kontrol edilerek, gerçekleştirilmektedir. İşlem sona erdiğinde kaplamada oluşan izin iç ve dış çapı ölçülerek prosetteki matematiksel formül yardımıyla kalınlık belirlenmektedir. Kalınlık ölçümü sırasında kullanılan parametreler Tablo 5.2’de görülmektedir.

Tablo 5.2. Numunelerin kalınlık ölçüm (calotest) deney parametreleri.

KAPLAMA	TiAlN-TiN 6 kat	TiAlN tek kat
Bilya Yarıçapı (mm)	15	15
Hız (devir / sn)	39	30
Süre (sn)	45	33

5.1.3 Dinamik Mikrosertlik Deneyi

Kaplamaların sertlik ölçüm deneyleri Fischer HP 100 X-Y PROG ultra mikrosertlik cihazı kullanılarak yapılmıştır. Yüksek hız çeliği numuneleri üzerine kaplanan ince filmlerin kaplama sertliğini ölçmede ultra mikrosertlik cihazı kullanılmaktadır. Ultra mikrosertlik cihazı'nın klasik sertlik ölçme yöntemlerinden farklı olarak sağladığı en büyük avantaj gerçekleştirilen izin derinliğinin kaplama kalınlığının 1/10'u veya 1/7'si mertebelerinde meydana getirilebiliyor olmasıdır. Bu sayede iz kaplama kalınlığını çok fazla aşamamakta ve taban malzeme sertliğinden minimum seviyede etkilenmektedir. Deney sırasında çok düşük yüklerde çalışmakta bunun sonucunda oluşturulan izin görülebilmesi imkansız hale gelmektedir. Mikron mertebesinde olan iz sayesinde, yöntem bir çeşit hasarsız muayene metodu olarak da adlandırılabilir. Ölçümlerde Vickers ve Berkovich uçları kullanılmakta, genel olarak da 50 kademe ve 0.1 sn bekleme aralıkları numuneye uygulanmaktadır. Maksimum yükten sonra yükün azaltılması sırasında yüke bağlı olarak bulunan derinlik de görülebilmektedir. Numunelerden her uygulamada 10 ila 15 noktadan yapılan ölçümlerinin ortalamasının alınması suretiyle sonuçlar ortaya konmuştur. Tablo 5.3'te malzemelere uygulanan deney parametreleri belirtilmektedir.

Tablo 5.3. Mikrosertlik deney parametreleri.

KAPLAMA	TiAlN-TiN 6 kat	TiAlN tek kat	TiAlN-TiN 6 kat	TiAlN tek kat
Min. yük (mN)	0.4	0.4	0.4	0.4
Maks. yük (mN)	20	15	10	8
Kademe	50	50	50	50
Bekleme süresi (sn)	0.1	0.1	0.1	0.1
Kullanılan uc	Vickers	Vickers	Berkovich	Berkovich

5.1.4 Çizik Testi Deneyi

Çizik deneyleri IPA-Fraunhofer Institut çizik test (scratch tester) cihazı ile yapılmıştır. Deney, numunenin yatay hareketine bağlı olarak Rockwell C ucunun artan bir yüke bağlı olarak kaplama yüzeyinde doğrusal bir çizik oluşturması prensibine dayanır. Yüzeyde hasar oluşturan yük (kritik yük, L_{c1}) belirlenir. Bu yük kaplamada ilk hasarın meydana geldiği yük olup, kaplamanın taban malzemeye yapışması hakkında fikir veren önemli bir parametredir. Artan yüke bağlı olarak kaplama numune yüzeyinden sıyrılmakta ve “kritik yük, L_{c2} ” adı verilen ikinci bir yükte deney sona ermektedir. Bu ikinci kritik yük kaplamanın taban malzeme yüzeyinden tamamen sıyrıldığı yani yüzeyde kaplamanın kalmadığı yükü göstermektedir. Çizik deneyi sırasında yüke bağlı olarak oluşan sürtünme kuvveti ve yüzeydeki titreşimleri elektrik sinyaline dönüştüren bir algılayıcı cihaz yardımıyla elde edilen akustik emisyon sinyalleri kaydedilir. Kaplamada oluşan çatlama ve yüke bağlı olarak kaplamanın yüzeyden ayrılması akustik emisyon sinyalleri olarak gözlenir. Deneyde kullanılan parametreler Tablo 5.4’de verilmektedir.

Tablo 5.4. Çizik testi parametreleri.

KAPLAMA	TiAlN-TiN 6 kat	TiAlN tek kat
Maks. yük (N)	150	150
Yük oranı (N / dak)	100	100
Hız (mm / dak)	10	10

5.1.5 Yüzey Pürüzlülüğü Deneyi

Yüzey pürüzlülüğü deneyi Mahr Perthen S8P Perthometer profilometre cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kaplanmış numuneler dokunmalı (mekanik) problemler kullanılarak bilgisayar kontrollü iki boyutlu yüzey pürüzlülüğü ölçümleri yapılmıştır.

5.1.6 Aşınma Deneyi

Aşınma deneyi, bilgisayar kontrollü Plint & Partners TE79 model disk üzerinde pim ve bilya aşınma cihazı yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Deneyde 0.1 N - 20 N arasında yük uygulanan, hızı 0.01-1.6 m / sn arasında ayarlanabilen disk, pim ve bilya şekilli malzemelerin numune yüzeyini aşındırması sonucu nesafeye bağlı olarak sürtünme katsayısı elde edilir. Tablo 5.5’de deneyde kullanılan parametreler verilmiştir.

Tablo 5.5. Aşınma deneyi parametreleri.

KAPLAMA	TiAlN-TiN 6 kat	TiAlN tek kat
Hız (m / sn)	0.01	0.01
Aşındırıcı malzeme	Alümina bilya	Alümina bilya
Yük (N)	5	5
Mesafe (m)	100	100

5.1.7 Kimyasal Analiz Deneyi

TiAlN-TiN 6 katlı ve TiAlN tek katlı ince filmlerin bileşimlerini belirleyebilmek amacıyla Jeol 5410 model taramalı elektron mikroskobu ve Norvar su soğutmalı dedektörlü, NORAN 2100 EDS analiz sistemi kullanılmıştır. İkincil elektron görüntüsü yanında geri saçılan elektronlarla bileşim ve topografi görüntüsü elde edilebilmesine olanak sağlayan sistem yardımıyla numunelerin analizi gerçekleştirilmiştir.

5.2 DENEY SONUÇLARI

5.2.1 Kalınlık Ölçüm Deneyi

Kalınlık ölçüm deneyi sonucunda ince filmlerin ölçülen kalınlıkları Tablo 5.5’de verilmiştir. TiAlN-TiN 6 katlı kaplamada, metal yüzeyine önce TiN kaplanmış en dış kaplama olarak TiAlN katmanı biriktirilerek TiAlN-TiN çok katlı kaplamada tabakalar en dıştan içe doğru sıralanmıştır.

Tablo 5.6. Kalınlık ölçüm deneyi sonucu kaplama kalınlıkları

KAPLAMA	TiAlN-TiN 6 katlı	TiAlN tek katlı
TiAlN 1. tabaka (μm)	0.4	
TiN 2. tabaka (μm)	0.3	
TiAlN 3. tabaka (μm)	0.2	
TiN 4. tabaka (μm)	0.1	
TiAlN 5. tabaka (μm)	0.4	
TiN 6. tabaka (μm)	0.2	
Toplam kalınlık (μm)	1.6	1.1

5.2.2 Dinamik Mikrosertlik Deneyi

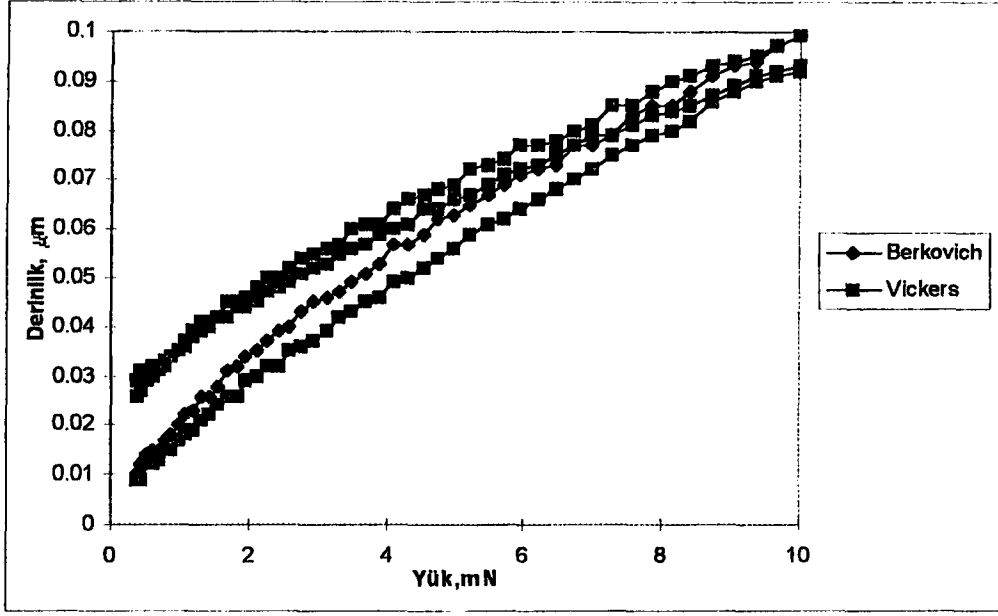
Mikrosertlik deneylerinde öncelikli olarak kaplama kalınlıkları gözönünde bulundurularak standart deney yükleri uygulanmıştır. TiAlN-TiN 6 katlı numuneye 500 mN standart deneme yükü uygulanmış, 1.6 μm olan toplam kaplama kalınlığına bağlı olarak kaplamanın 1/10'una ucun girebileceği yük olan 10 mN tespit edilmiştir. Aynı yöntem tek katlı TiAlN numuneye uygulanmış, 300 mN test yükü ölçümünden sonra kaplama kalınlığının 1/10'u olan 0.11 μm 'a girebilecek 15 mN bulunmuştur. Tablo 5.6'da verilen mikrosertlik deney sonuçlarında sertlik değerleri çok katlı numune için 6 katmanın bileşiminden, TiAlN tek katlı numune için ise tek tabakanın sertlik değerinden oluşmaktadır. Şekil 5.1 ve Şekil 5.2'de çok katlı ve tek katlı numuneler için yük-derinlik ilişkisi gösterilmektedir.

Deneyde Vickers ve Berkovich uçları kullanılmış ve buna bağlı olarak her numune için iki farklı sertlik değerleri elde edilmiştir. Vickers ucu kare tabanlı piramit olup, 136° 'lik uç açısına sahiptir. Berkovich ucu ise üçgen tabanlı piramit olup, 130.6° 'lik uç açısına sahiptir. Uçlar arasındaki söz konusu geometrik faktör farklılığının, sertlik deneyinde değişik sonuçlar alınmasına yol açtığı söylenebilir.

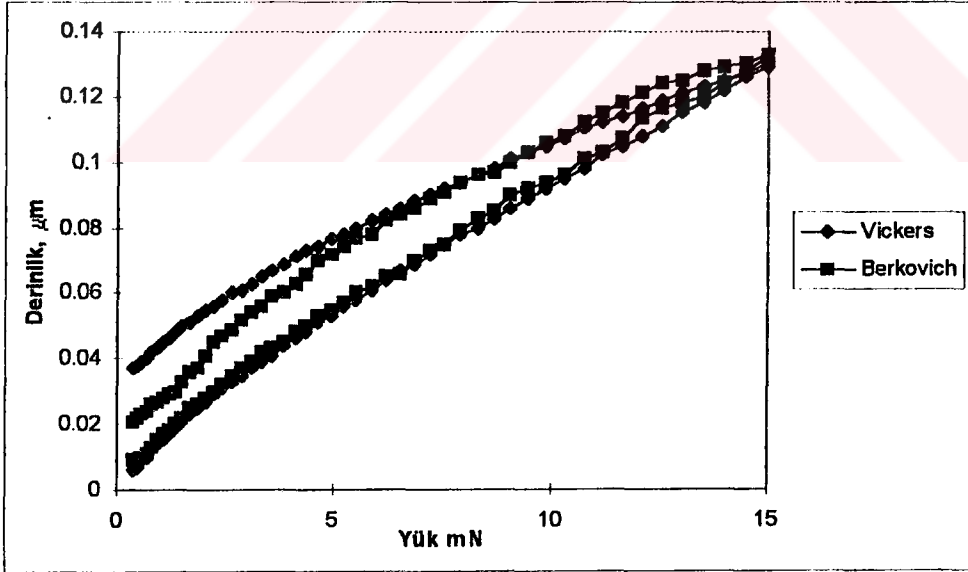
Çok katlı numunenin sertlik deneyi sonucu elde edilen yük-derinlik ilişkisini gösteren Şekil 5.1. incelendiğinde sonuç grafik eğri şeklinde görülmektedir. Ölçüm sırasında kaplamada çatlak ve deformasyon oluşması dolayısıyla sonucun eğri şeklinde elde edildiği düşünülmektedir.

Tablo 5.7. Mikrosertlik Deney Sonuçları.

KAPLAMA	TiAlN-TiN 6 Katlı	TiAlN Tek Katlı	TiAlN-TiN 6 Katlı	TiAlN Tek Katlı
Sertlik (N/mm ²)	26.884	35.554	21.776	31.873
Kullanılan Uç	Vickers	Vickers	Berkovich	Berkovich



Şekil 5.1. Çok katlı numune için yük-derinlik ilişkisi.



Şekil 5.2. Tek katlı numune için yük-derinlik ilişkisi.

5.2.3 Çizik Testi Deneyi

Çizik testlerinde sonuçların değerlendirilmesinde iki ana kriter söz konusudur. Birinci kriter ilk akustik emisyon sinyallerinin alındığı kritik yük (L_{c1}) değeri olup, kaplamada meydana gelen ilk hasarın olduğu yükü belirtir. İkinci kriter ise kritik yük (L_{c2}) değeri olup kaplamanın taban malzemeden tamamen sıyrıldığı yükü göstermektedir. Tablo 5.7’de tek ve çok katlı numuneler için L_{c1} ve L_{c2} değerleri verilmektedir. Şekil 5.3’de çok ve tek katlı numunelerin çizik testi sonucu grafikleri görülmektedir. Şekil 5.4’de ise söz konusu numunelerin deney sonucu izlerinin optik mikroskop görüntüleri görülmektedir.

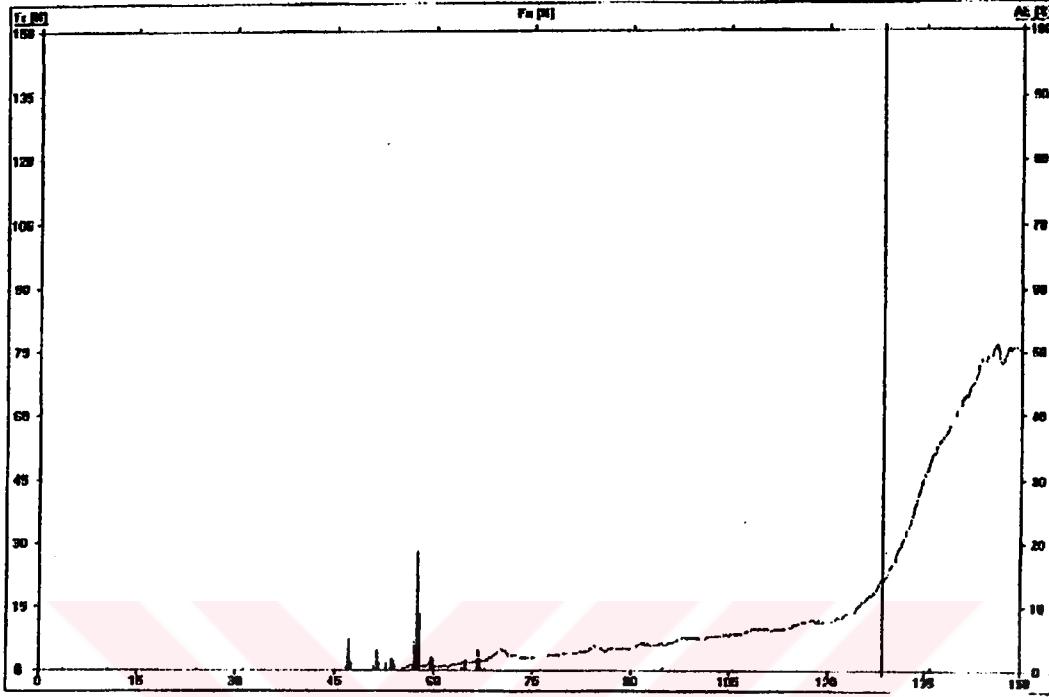
Yapılan çalışmalarda %20-40 Alüminyum içeriğine sahip TiAlN ince filminin çizik testleri sonucunda 40-55N arasında kritik yük değerleri elde edilmiştir[8,10]. Deneyde, önceki çalışmalar gözönünde bulundurulduğunda tek katlı tabakanın kritik yük değeri düşüktür.

Buna karşın, yüksek yapışma özelliği olan TiN’ün önce taban malzeme üzerine, daha sonra ise TiAlN tabakaları arasına kaplanması sonucu elde edilen çok katlı kaplama ile yapılan çizik testinde, tek katlı TiAlN kaplamaya nazaran, kritik yükte artma gözlenmiştir. Buradan hareketle, TiN’ün çok katlı kaplamanın yapışma özelliğine olan olumlu etkisi ortaya çıkmıştır.

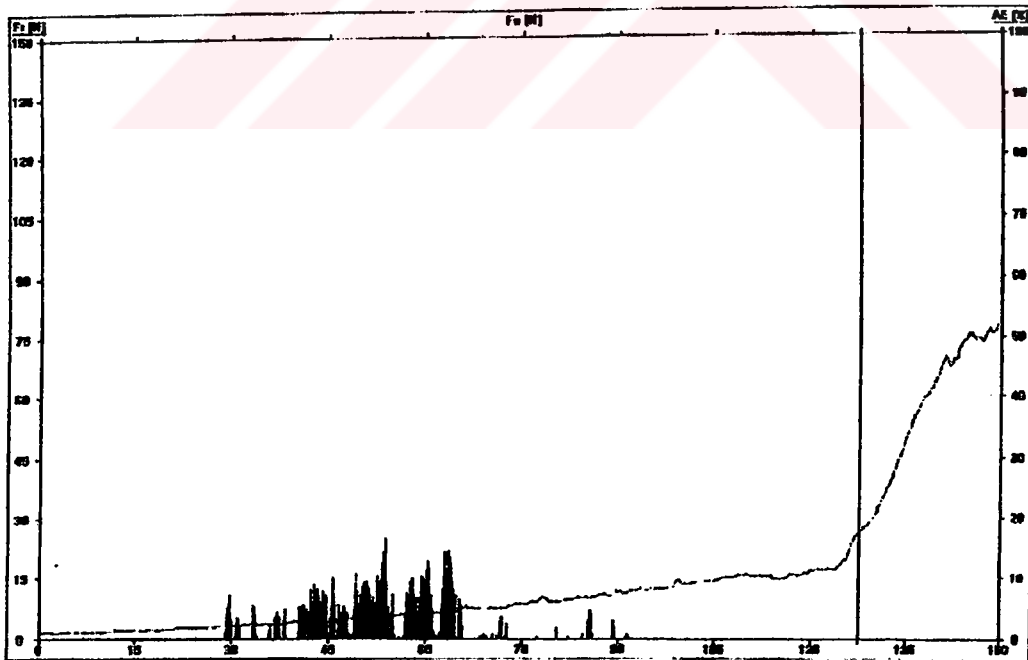
Şekil 5.3.’e bakıldığında, özellikle çok katlı numunenin çizik testi sırasında düşük akustik emisyon sinyalleri alındığı görülmektedir. Akustik emisyon sinyali, çatlağın ilk oluşması sırasında ortaya çıkar ve bunu takip eden durumda çatlağın ilerlemesi halinde yüksek oranda oluşur. Buradan hareketle, çok katlı numunede çok düşük akustik emisyon sinyali alınması, çatlakların oluştuğunu fakat bu çatlakların ara tabakalar arası etkileşim sonucu büyüyüp çoğalamadığını gösterir bir sonuçtur. Dolayısıyla, çok katlı numunede tabakalar arası etkileşimin çatlak ilerlemesini ve deformasyonu engellediği yapılan deneyden çıkartılabilecek bir sonuçtur.

Tablo 5.8. Çizik testi kritik yük değerleri.

KAPLAMA	TiAlN-TiN 6 katlı	TiAlN tek katlı
Kritik yük, L_{c1} (N)	47	28
Kritik yük, L_{c2} (N)	129	127

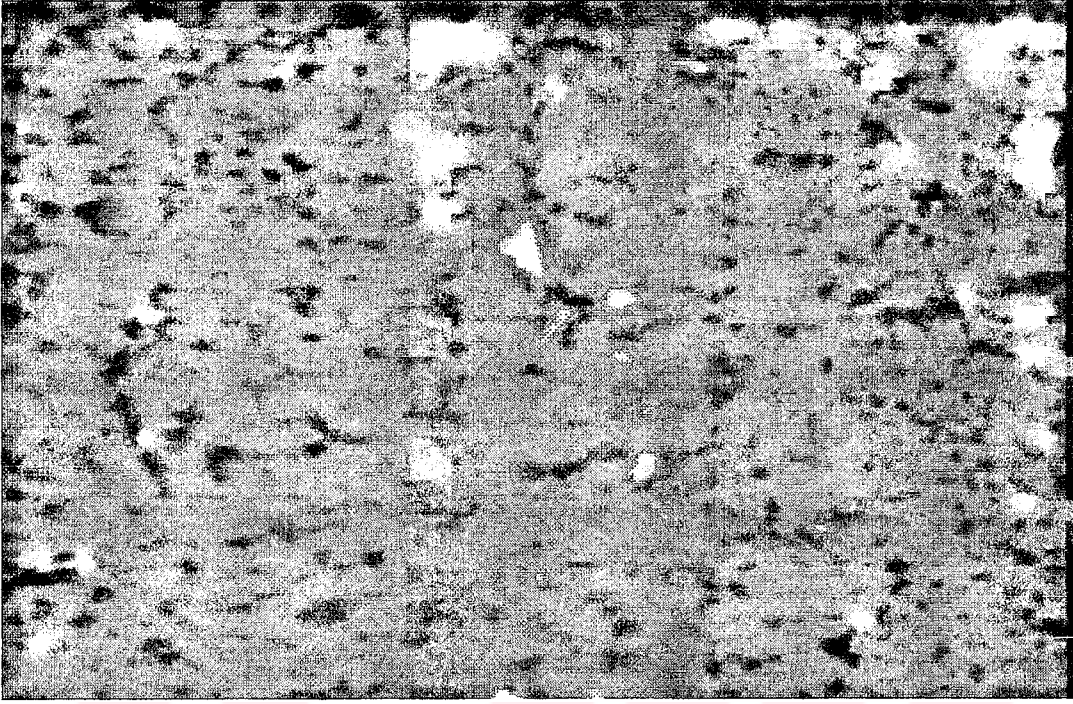


(a)

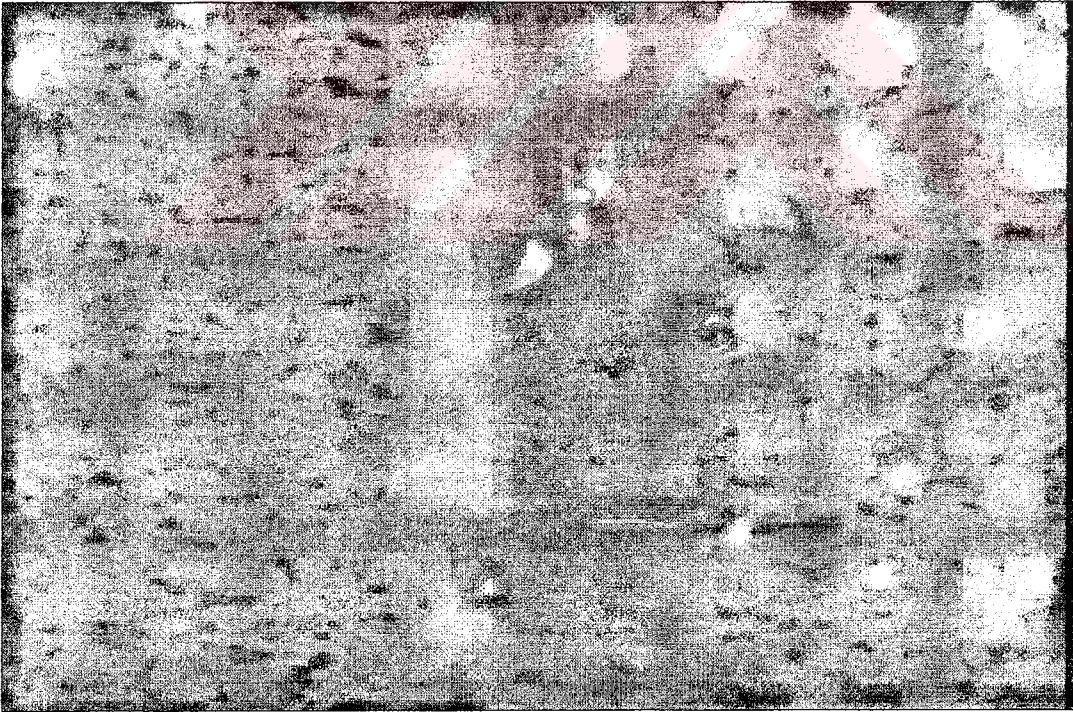


(b)

Şekil 5.3. Çizik deneyi sonucu grafikleri. (a) çok katlı (b) tek katlı.



(a)



(b)

Şekil 5.4. Çizik testi sonucu numunelerin optik mikroskop görüntüleri. (a) 6 katlı TiAlN-TiN (b) tek katlı TiAlN.

5.2.4 Yüzey Pürüzlülüğü Deneyi

Yüzey pürüzlülüğü deneyinde dokunmalı problar yardımı ile ölçülen değerler Tablo 5.8’de verilmiştir. Şekil 5.3’de numunelerin yüzey pürüzlülüğü görüntüleri verilmektedir.

Deneyde verilen sonuçlarda Rz (DIN 4768), pürüzlülük derinliği olup, deneyde elde edilen piklerin ortalamasını gösteren bir değerdir.

Ra (DIN 4762), ortalama pürüzlülüğü gösteren değer olup, numunenin yüzeyinden elde edilen piklerin alanlarının 5.1’deki formül yardımıyla hesaplanması sonucu elde edilir.

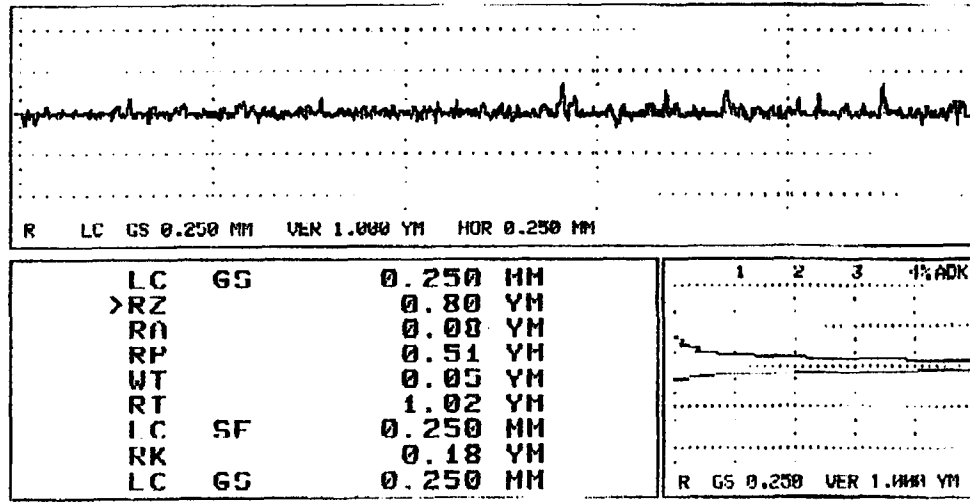
$$Ra = \frac{1}{l} \int_0^l |y(x)| dx \quad (5.1.)$$

Rz, piklerin ortalama büyüklüklerine göre hesaplanan bir değer olmasına karşılık, ölçüm sırasında bir tek büyük pik elde edilmesi sonucu büyük oranda etkilemektedir. Ra ise piklerin ortalama alanlarından hareketle elde edilen bir sonuç olması dolayısıyla, yüzey pürüzlülüğünde, Rz değerine göre daha belirleyicidir ve numunenin pürüzlülük durumunu belirten kesin sonucu verir.

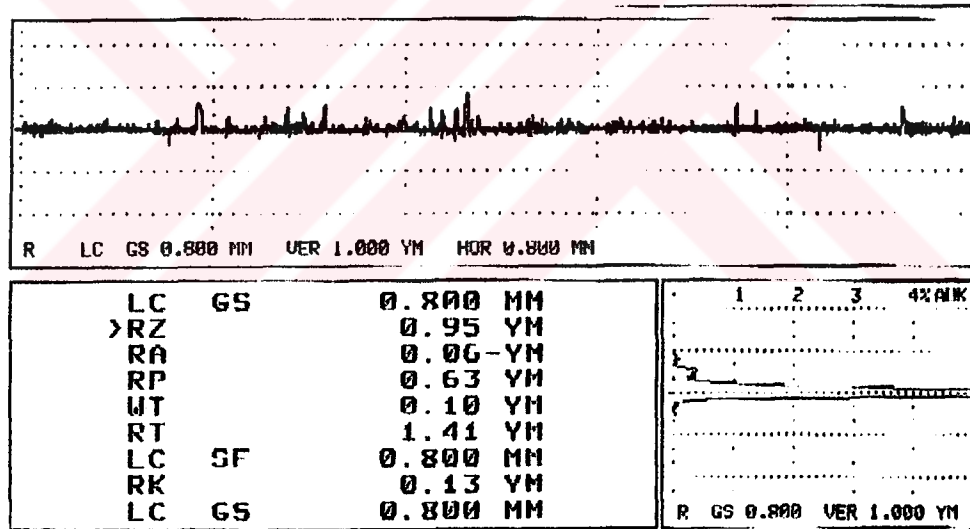
Deney sonuçları çok katlı numunenin ortalama pürüzlülüğünün, tek katlıya nazaran az da olsa daha yüksek olduğunu göstermektedir. Bu sonuç, aşınma deneyine de etki etmiş, çok katlı numunenin sürtünme katsayısı daha yüksek çıkmıştır.

Tablo 5.9. Yüzey pürüzlülüğü deney sonuçları.

KAPLAMA	TiAlN-TiN 6 katlı	TiAlN tek katlı
RZ (μm)	0.80	0.95
RA (-μm)	0.08	0.06



(a)



(b)

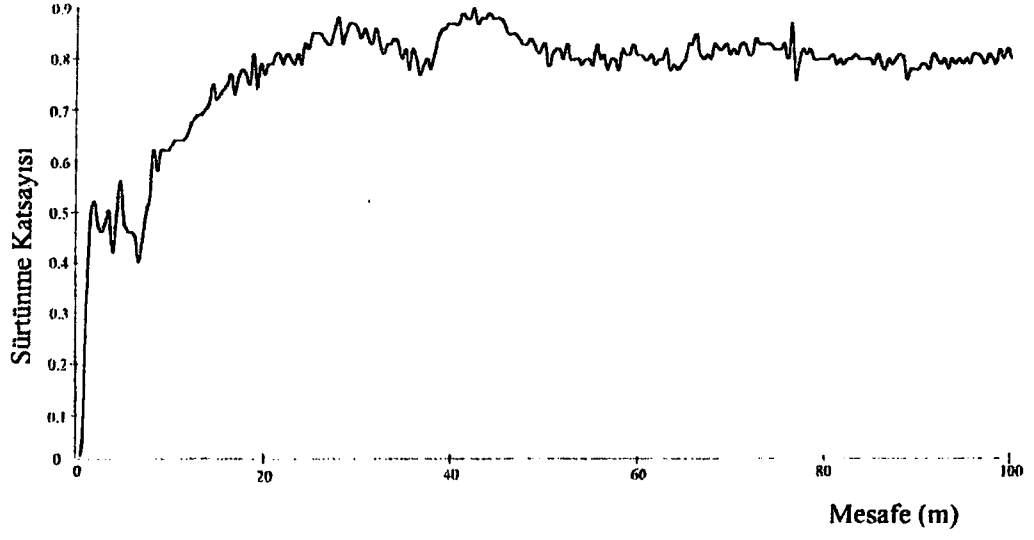
Şekil 5.5. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü sonucu numunelerin iki boyutlu yüzey görüntüleri. a) 6 katlı TiAlN-TiN b) tek katlı TiAlN

5.2.5 Aşınma Deneyi

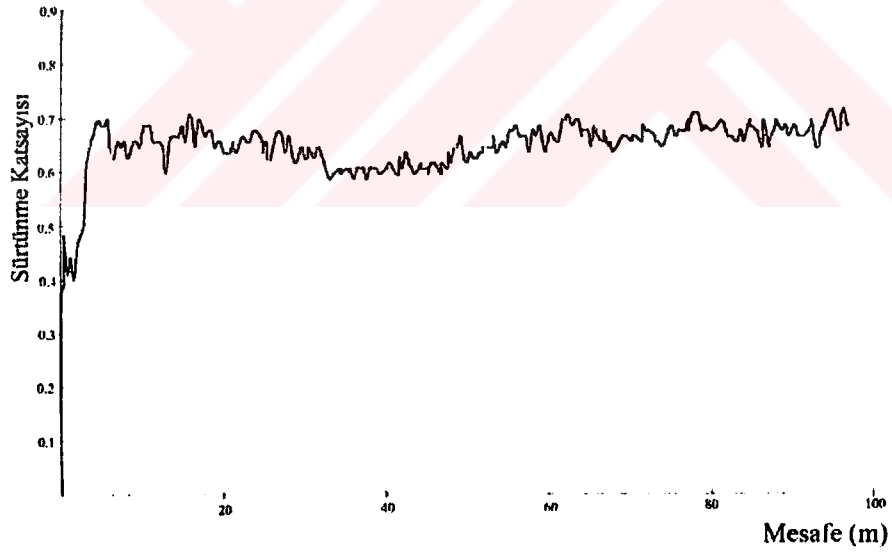
Aşınma deneyinde her iki numune de 5 N yük altında alümina bilya ile aşındırılmış, mesafeye bağlı olarak sürtünme katsayısı değerleri elde edilmiştir. Şekil 5.4'de aşınma deneyi sonucunda çok ve tek katlı numunelerin mesafeye bağlı olarak sürtünme katsayısı değerleri görülmektedir.

Aşınma deneyi sonucunda çok katlı numune için yaklaşık 0.75 ve tek katlı numune için ise yaklaşık 0.60 sürtünme katsayısı elde edilmiştir. Ortalama pürüzlülük değerleri göz önünde bulundurulduğunda, tek katlıya göre biraz daha fazla ortalama pürüzlülüğe sahip çok katlı numunenin sürtünme katsayısının daha yüksek çıkması beklenen bir sonuçtur.

Aşınma deneyi sonucu elde edilen grafikler incelendiğinde, çok katlı numunenin sürtünme katsayısı değerinde, deney başlangıcından 50. metreye kadar artma ve azalmalar gözlenmiştir. Deney sırasında gözlenen bu değişiklikler farklı özellikteki TiN ve TiAlN tabakalarının etkisi sonucudur. Dolayısıyla sürtünme katsayısında katmanlardan dolayı farklılaşma gözlenmiştir. Tek katlı numunede ise, çok katlıya kıyasla, tek bir tabaka olduğundan dolayı, sürtünme katsayısında çok fazla bir değişim gözlenmemiştir.



(a)



(b)

Şekil 5.6. Numunelerin mesafeye bağlı sürtünme katsayısı değerleri. (a) Çok katlı (b) Tek katlı.

5.2.6 Kimyasal Analiz Deneyi

Tek ve çok katlı kaplamaların taramalı elektron mikroskobu ile yapılan analizinde, her iki kaplamada da %27Ağ. Alüminyum içeriği tespit edilmiştir.

Literatürdeki bilgilere göre TiAlN katmanları %20-88 arasında değişen Alüminyum içeriklerinde üretilmiştir[10]. İncelenen numune düşük Alüminyum içerikli sınıfına girmektedir.



BÖLÜM 6.

SONUÇLAR VE İRDELEMELER

1) Çizik testi sonucu çok katlı numune için 47N ve tek katlı numune için 28N kritik yük değerleri bulunmuştur.

2) Tek katlı TiAlN'ün çizik testi deneyinde düşük kritik yük gözlenmiştir. Yüksek hız çeliği taban malzeme üzerine kaplanan tek katlı TiAlN ince filmi ile taban malzeme arasında yüksek gerilim seviyesi oluşumu sonucu kritik yükte düşük değerler elde edilmesi, TiAlN'ün yapışma özelliğinin iyi olmadığını göstermektedir.

3) TiAlN'ün yapışma özelliğini artırmak amacıyla, yüksek hız çeliği taban malzeme üzerine önce ve ara tabakalara TiN ince filmi kaplanmıştır. Taban malzeme üzerinde TiN, en üst tabakada TiAlN ve ara tabakalarda sırasıyla TiN ve TiAlN kaplanmış çok katlı numuneye uygulanan çizik testi sonucunda kritik yükte artma gözlenmiştir. Buradan hareketle, yüksek yapışma özelliğine sahip TiN ince filminin, çok katlı TiAlN-TiN çok katlı kaplamasında yapışma özelliğini artırdığı görülmüştür.

4) Çok katlı kaplamanın çizik testi sırasında çok düşük akustik emisyon sinyalleri alınmıştır. Bu sonuç, deney sırasında oluşan çatlakları tabakalar arası etkileşim sebebi ile ilerleyemediğini göstermektedir. TiAlN-TiN çok katlı kaplama uygulamasının, kaplamada oluşan çatlak ve deformasyonların büyüyüp ilerlemesine engel olduğu gözlenmiştir.

5) Numunelere uygulanan mikrosertlik deneylerinde, Vickers ucu ile yapılan ölçümlerde çok katlı numune için 26.884 N/mm^2 , tek katlı numune için 35.554 N/mm^2 değerleri elde edilmiş, Berkovich ucu ile yapılan ölçümlerde ise çok katlı numune için 21.776 N/mm^2 , tek katlı numune için 31.873 N/mm^2 değerleri bulunmuştur.

6) Kaplamaların iki farklı uç ile yapılan mikrosertlik deneylerinde, farklı değerler elde edilmiştir. Bu farklılık uçların geometrik faktörlerinin farklılığından kaynaklandığı söylenebilir.

7) Malzemelerin aşınma deneyi sonucunda çok katlı numune için yaklaşık 0.75, tek katlı numune için ise yaklaşık 0.60 sürtünme katsayısı değerleri elde edilmiştir.

8) Çok katlı numunenin aşınma deneyi sırasında sürtünme katsayısında artış ve azalma gözlenmiş, daha sonra ise sabit bir değer aşağı yukarı deney boyunca devam etmiştir. Sürtünme katsayısındaki bu değişimin, farklı özellikteki TiAlN ve TiN ince filmlerinden oluşan tabakaların etkileşimi sonucu olduğu ifade edilebilir.

9) Yüzey pürüzlülüğü ölçümlerinde ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri çok katlı için 0.08, tek katlı için 0.06 olarak elde edilmiştir.

10) Ortalama yüzey pürüzlülüğü, tek katlıya göre daha yüksek olan çok katlı numunenin sürtünme katsayısı da daha yüksek elde edilmiştir.

11) Çok katlı kaplamanın sertliği, tek katlı kaplamanın sertliğinden daha düşük elde edilmiştir. Bu sonuç, çok katlı kaplamada ara tabakalarda yer alan ve TiAlN'e göre sertliği daha düşük olan TiN'ün çok katlı kaplamanın sertliğini düşürdüğü şeklinde yorumlanabilir.

KAYNAKLAR

- [1] **ROOS J.R., CELIS J.P., VANCOILLE E.**, Interrelationship Between Processing, Coating Properties and Functional Properties of Steered Arc Physically Vapor Deposited (Ti, Al)N and (Ti, Nb)N Coatings, Thin Solid Films, 193/194, Sf.547-556, (1990).
- [2] **BUNSHAN B., GUPTA B.K.**, Handbook of Tribology-Materials, Coatings, and Surface Treatments, McGraw-Hill Inc-New York, (1991).
- [3] **HOLMBERG K., MATHEWS A.**, Coating Tribology, Ed:DOWSON D., Tribology series, 28, Elsevier-Londra, (1994).
- [4] **ERYILMAZ O.L.**, ZrB-ZrBN Çok Katlı Kaplamaların Korozyon Davranışı, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. İstanbul, Ocak (1996).
- [5] **SMITH D.L.**, Thin-Film Deposition-Principles & Practice, McGraw-Hill Inc-New York, (1995).
- [6] **ZEGA B.**, Hard Decorative Coatings by Reactive Physical Vapor Deposition: 12 Years of Development, Surface and Coatings Technology, 39/40, Sf.507-520, (1989).
- [7] **IVES M., BROOKS J.S., CAWLEY J., BURGMER W.**, Fundamental Studies of the Steered Arc Technique, Surface and Coatings Technology, 49, Sf.244-252, (1991).
- [8] **COLL B.F., FONTANA R., GATES A., SATHRUM P.**, (Ti-Al)N Advanced Films Prepared by Arc Process, Materials Science and Engineering, A 140, Sf. 816-824, (1991).

- [9] **ERTÜRK E., HEUVEL H.J., DEDERICHS H.G.**, CrN and (Ti, Al)N Coatings Deposited by the Steered Arc and Random Arc Techniques, *Surface and Coatings Technology*, 39/40, Sf. 435-444, (1989).
- [10] **COLL B.F., SATHRUM P., FONTANA R., PEYRE J.P., DUCHATAU D., BENMALEK M.**, Optimzation of Arc Evaporated (Ti, Al)N Film Composition for Cutting Tool Applications, *Surface and Coatings Technology*, 52, Sf. 57-64, (1992).
- [11] **REBOUTA L., VAZ F., ANDRITSCHKY M., Da SILVA M.F.**, Oxidation Resistance of (Ti, Al, Zr, Si)N Coatings in Air, *Surface and Coatings Technology*, 76-77, Sf. 70-74, (1995).
- [12] **RONKAINEN H., NIEMINEN I., HOLMBERG K., LEYLAND A., MATTHEWS A., MATTHES B., BROSZEIT E.**, Evaluation of Some Titanium-Based Ceramic Coatings on High Speed Cutting Tools, *Surface and Coatings Technology*, 49, Sf. 468-473, (1991).
- [13] **HOLLECK H., SCHIER V.**, Multilayer PVD Coatings for Wear Protection, *Surface and Coatings Technology*, 76-77, Sf. 328-336, (1995).
- [14] **HOFMANN D., HENSEL B., YASUOKA M., KATO N.**, New Multilayer PVD-Coating Technique for Cutting Tools, *Surface and Coatings Technology*, 61, Sf. 326-330, (1993).