

Magnetron Sıçratma Yöntemi ile Büyütülen Elmas Benzeri Karbon Filmlerin Adezyon ve Çoklu-Çizik Test Davranışlarının Araştırılması

Hikmet ÇİÇEK¹

ÖZET: Elmas benzeri karbon (DLC) ince filmler sahip oldukları düşük sürtünme katsayısı, yüksek sertlik, yüksek aşınma dayanımı ve kimyasal inaktiflik özelliklerinden dolayı günümüzde çok yaygın olarak çok çeşitli taban malzemeler üzerine kaplanmaktadır. Bu tür kaplamalarda önemli olan bir husus ise kaplamanın taban malzemeye olan adezyonu/yapışkanlığıdır. Bu çalışmada DLC filmler inconel taban malzeme üzerine adezyonu artırmak ve daha yüksek dayanım elde etmek için TiN ve TiCN aratabakalar kullanılarak magnetron sıçratma yöntemi ile kaplanmıştır. Filmlerin yapısal, mekanik, adezyon ve yorulma benzeri davranışları karakterize edildi. Bu çalışmada filmlerin yapısal ve kimyasal analizleri için X-ray difraktometre (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanıldı. Mekanik özellikler için mikro-sertlik, adezyon ve yorulma benzeri özellikleri için ise artan yüklü çizik test ve 100, 250 ve 500 çevrimlik çoklu-çizik testleri filmlere uygulandı. Filmin mikrosertlik değeri 39.8 GPa olarak tespit edildi. Adezyon testlerine göre DLC filmde kritik yük değeri 22 N olarak belirlendi ve 25N yüke kadar film taban malzeme üzerinde dayanımını sürdürdü. Çoklu çizik test sonuçlarına göre TiN/TiCN aratabaka ile büyütülen DLC filmlerin 250 çevrim sonuna kadar çok iyi dayanım gösterdiği gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Adezyon, DLC, magnetron sıçratma

Investigation of Adhesion and Multi-pass Scratch Test Behaviour of Magnetron Sputtered Diamond-Like Carbon Films

ABSTRACT: Diamond-like carbon (DLC) thin films are now widely spread over a wide variety of base materials due to their low coefficient of friction, high hardness, high abrasion resistance and chemical inactivity. An important aspect of such coatings is the adhesion of the coating to the substrate. In this study, The DLC films were coated on the inconel substrates with magnetron sputtering method using TiN and TiCN interlayers to increase the adhesion and to obtain higher strength. Structural, mechanical, adhesion and fatigue-like behaviors of the films were characterized. X-ray diffractometer (XRD) and scanning electron microscope (SEM) were used for structural and chemical analysis of the films. To investigate mechanical properties, adhesion and fatigue-like properties of the films, micro-hardness test, increasingly loaded scratch test and 100,250 and 500 cycles of multi-scratch tests were applied to the films. The microhardness of the film determined as 39.8 GPa. According to the adhesion tests, the first critical load value of the DLC film was determined as 22 N and the film maintained its strength on the substrate until the load of 25N. According to the results of the multi-scratch test, it was observed that the DLC films grown by the TiN-TiCN interlayer could be held on the substrate even at the end of 250 cycles.

Keywords: Adhesion, DLC, magnetron sputtering

¹ Hikmet ÇİÇEK (0000-0003-3038-4466), Erzurum Teknik Üniversitesi, Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Makine mühendisliği, Erzurum, Sorumlu yazar/Corresponding Author: Hikmet ÇİÇEK, hikmet.cicek@erzurum.edu.tr

GİRİŞ

Elmas benzeri karbon (DLC) ince filmler sahip olduğu yüksek sertlik ve düşük sürtünme katsayısı değerlerinden dolayı sürtünme-aşınma olan yüzeylerde, kimyasal inertlikten dolayı korozyondan koruyucu uygulamalarda, antibakteriyel ve biyouyumluluğundan dolayı biyomalzemelerin yüzeylerinde ve ilaveten birçok uygulamada çok farklı taban malzemeler üzerine kaplanmaktadır. Bu tür koruyucu kaplamalarda belkide en önemli durum kaplama-taban malzeme arasındaki adezyon (yapışkanlık) ve servis şartlarında meydana gelebilecek tekrarlı yükler altında yüzeyde tutanabilme özelliğidir. DLC kaplamalar başta magnetron sıçratma yöntemi (Bewilogua et al., 2004; Chowdhury et al., 2004) olmak üzere kimyasal buhar kaplama yöntemi (CVD) (Ohana et al., 2004; Noda and Umeno, 2005) ve darbeli-lazer kaplama yöntemi (Jelinek et al., 2010; Gayathri et al., 2012) gibi birçok yöntem kullanılarak üretilmektedir. Bu yöntemler arasında atomsal düzeyde kontrol sağlanabilmesi, daha yoğun filmlerin oluşturulması ve daha iyi adezyonun sağlanması açısından magnetron sıçratma yöntemi birçok avantaja sahiptir.

DLC filmlerin sertlik, sürtünme katsayısı, sürtünme-aşınma ve yorulma dayanımı gibi özelliklerini daha da geliştirmek için birçok çalışma yapılmış ve yapılmaya devam etmektedir. Bazı çalışmalarda DLC filmlerde TiCN aratabaka kullanarak bağ yapısını ve mekanik özelliklerini geliştirmeye çalışmışlardır (Kang et al., 2015). TiCN aratabakanın filmin sertliğini, elastiklik modülünü ve arayüzey bağını güçlendirdiğini bildirmişlerdir. TiN aratabaka kullanımının DLC kaplamalardaki etkisini araştıran

bir çalışmada ise TiN aratabaka kullanmanın DLC kaplamanın taban malzemeye olan bağını güçlendirdiği vurgulanmıştır (Giraldo et al., 2009). Diğer bir çalışmada ise DLC filmlerin aşınma ve yorulma dayanımını artırmak için Ti/TiN/DLC çok tabakalı filmler üretilmiştir (Hongxi et al., 2012). Büyütülen çok tabakalı kaplama ile 32 GPa sertliğe ve 410 GPa Elastiklik modülüne ulaşılmış, filmin sürtünme katsayısının geleneksel DLC kaplamalara göre daha düşük olduğu tespit edilmiş ve yorulma ömrünün arttığı vurgulanmıştır.

Bu çalışmada DLC filmler daha iyi adezyon ve mekanik özellikler elde etmek için TiC ve TiCN aratabakalar ile desteklenerek inconel taban malzemeler üzerine magnetron sıçratma yöntemi kullanılarak kaplanmıştır. Filmlerin yapısal, mekanik, adezyon ve yorulma benzeri davranışları (çift yönlü çoklu-çizik test) araştırılmıştır.

MATERYAL VE YÖNTEM

TiN/TiCN/DLC kompozit filmler kapalı alan dengesiz magnetron sıçratma yöntemi kullanılarak inconel (Çizelge 1’ de kimyasal içeriği verilmiştir) ve silikon taban malzemeler üzerine kaplanmıştır. Kaplama için dört adet yüksek saflıkta (99,99) Ti hedefler kullanılmıştır. Hedeflerden atomların saçtırılması ve plazma oluşumu için Ar gazı, nitrür fazların oluşturulması için N₂ gazı ve karbon verici olarak da C₂H₂ gazı kullanılmıştır. Kaplama parametrelerine ait detaylı bilgiler Çizelge 2’de verilmiştir.

Çizelge 1. Inconel taban malzemenin kimyasal kompozisyonu

Ni	Cr	Fe	Mn	Si	C	Cu	P	S
73.1	16.19	9.46	0.82	0.33	0,065	0,02	0.013	0.002

Çizelge 2. TiN/TiCN/DLC filmin kaplama parametreleri

Katmanlar	Ti Hedef Akımı (A)	Çalışma Basıncı (Pa)	N ₂ gaz akış oranı (%)	C ₂ H ₂ gaz akış oranı (%)	Süre (dk.)
TiN	2	0,27	40	-	10
TiCN	2	0,33	30	30	20
DLC	0,1	0,33	20	50	30

Inconel taban malzemeler ortalama pürüzlülük değeri Ra≈0.05 µm olacak şekilde SiC zımpara kağıtları ile parlatılmıştır. Daha sonra 0.05 µm

parçacık çaplı α-alumina tozuyla ince parlatma işlemi gerçekleştirilmiştir. Taban malzemeler mekanik yüzey parlatma işleminden sonra etil alkol banyosunda

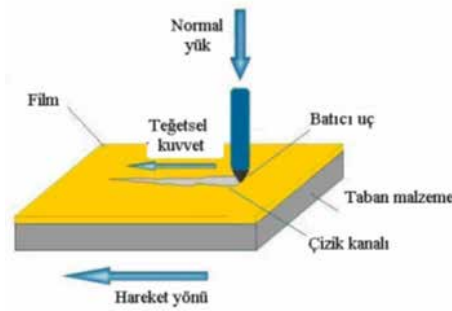
ultrasonik olarak temizlendi. Son olarak %5 nital çözeltisi ile malzemelerin yüzeyleri 10 saniye süreyle dağlandı.

Taban malzemeler kaplama cihazına yerleştirildikten sonra ilk olarak argon gazıyla 20 dakika süreyle bombardıman edilerek iyon temizleme işlemi gerçekleştirildi. Daha homojen bir film eldesi için taban malzemeler kaplama süresi boyunca vakum çemberi içerisinde 2 devir/dakika hızda döndürüldü.

Filmlerin kristal yapılarını analiz etmek için GNR-Explorer X-Ray difraktometre kullanıldı. Tarama

açı aralığı olarak 10° - 100° seçildi. TiN/TiCN/DLC filmlerin kesit görüntüleri ve kimyasal kompozisyonu Quanta FEG 250 taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile gerçekleştirildi. Mikrosertlik analizleri vickers mikrosertlik yöntemi ile belirlendi.

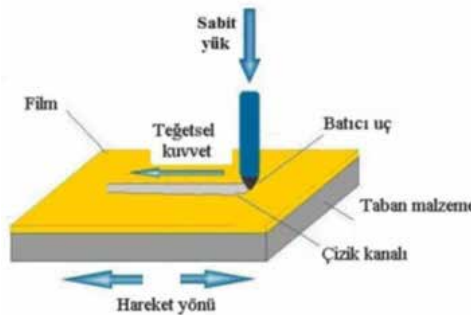
Filmlerin taban malzemeye adezyonunu belirlemek için artan yükte çizik testleri uygulandı. Sıfırdan 50 N yüke kadar 5 mm/dk. hızda ve 5 mm boyunca çizik testi uygulandı. Batıcı uç olarak Rockwell-C diamond (uç çapı 200 mikron) kullanıldı. Artan yük çizik testinin şematik resmi Şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1. Artan yük çizik testi şematik gösterimi

Filmlerin yorulma benzeri dayanımlarını belirlemek için ise sabit yükte iki yönlü yüklemeye çoklu çizik testleri uygulandı. Burada sabit yük olarak literatürde genelde filmlerin adezyon dayanımının yarısı veya daha azı alınmaktadır. Bu çalışma da sabit yük olarak 10 N belirlendi. 10 N yük TiN/TiCN/DLC filmin üzerinde 3

mm boyunca gidiş ve dönüşte uygulanarak 100 çevrim, 250 çevrim ve 500 çevrim yapılmıştır. Filmlerin çevrim süresince sürtünme katsayıları ve çevrim sonunda meydana gelen hasarları incelenmiştir. Çoklu çizik testin şematik gösterimi Şekil 2'de verilmiştir.



Şekil 2. Sabit yükte çoklu çizik testi şematik gösterimi

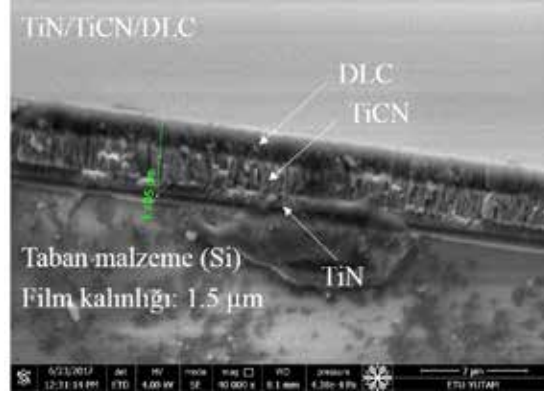
BULGULAR VE TARTIŞMA

TiN/TiCN/DLC filmin SEM ile alınmış kesit görüntüsü Şekil 3'de verilmektedir. Oluşturulan tabakalı DLC filmin katmanları net bir şekilde görünmektedir. TiN tabakası yaklaşık olarak 250 nm kalınlığında ve yoğun bir yapıda olduğu görülmektedir.

TiCN tabakası ise yaklaşık olarak 750 nm kalınlığında olup yoğun ve kolonsal bir yapı sergilemiştir. Kolonsal yapı filme dışarıdan gelen yükleri taşıyabilecek şekilde dikey olarak yönlendirilmiş ve bu tip filmlerde istenilen bir konumdadır. En üstte oluşturulan DLC tabakasının kalınlığı yaklaşık 500 nm civarında olup çok yoğun ,

düzgün ve boşluksuz bir yapı olarak büyütülmüştür. Yapısal olarak genel anlamda film çok yoğun ve hatasız olduğu görünmektedir. Bu yapı kapalı alan dengelenmemiş magnetron sıçratma yönteminin

sağladığı bir avantajdır. Toplam film kalınlığı yaklaşık olarak $1.5 \mu\text{m}$ olarak tespit edilmiş olup bu tip koruyucu kaplamalar için ideal kalınlıkta olduğu söylenebilir (Masripan et al., 2013).

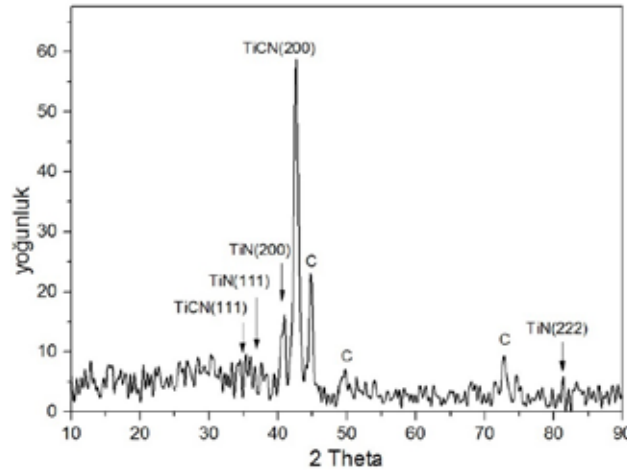


Şekil 3. TiN/TiCN/DLC filmin SEM ile alınmış kesit görüntüsü

Silikon taban malzeme üzerine kaplanmış TiN/TiCN/DLC filmin X-ray difraktometre cihazı ile elde edilen faz dağılımı grafiği Şekil 4'de verilmektedir. Grafik incelendiği en yoğun pik $2\theta=42.5^\circ$ de TiCN (200) kristal yapısına sahip olduğu görülmektedir. İlâveten düşük yoğunlukta TiCN (111) fazı da yapı içerisinde bulunmaktadır.

TiN fazlarına bakıldığında ise en yoğun yönelmenin (200) doğrultusunda olduğu ve ilâveten düşük yoğunlukta (111) ve (222) yönelmesinin

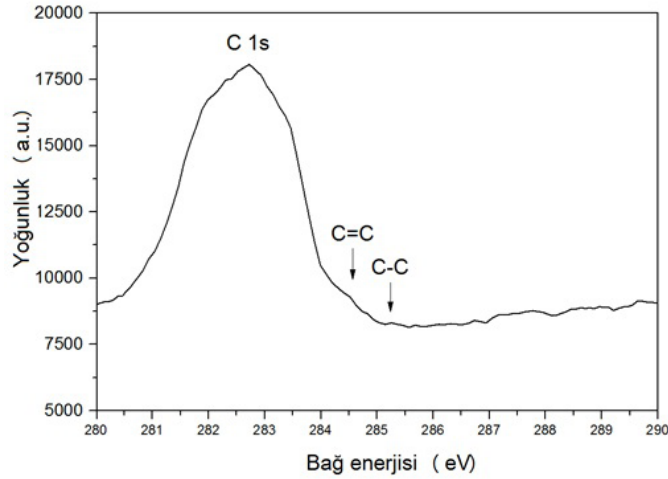
de filmde mevcut olduğu görülmektedir. Karbon atomlarının oluşturduğu kristal yapılar da XRD grafiğinde tespit edilmiştir. $2\theta=45^\circ$ de en yoğun karbon kristalleri mevcutken $2\theta=50^\circ$ ve $2\theta=72.5^\circ$ de de C kristalleri tespit edilmiştir. XRD grafiğindeki pikler genel olarak değerlendirildiğinde TiN/TiCN/DLC filmin başarılı bir şekilde ve kristal yapıda oluşturulduğu ve literatürdeki değerlerle örtüştüğü görülmektedir (Voevodin et al., 1997; Siow et al., 2015; Banaszek et al., 2015; Kovaci ve ark., 2016).



Şekil 4. TiN/TiCN/DLC filmin X-ray difraktometre grafiği

Magnetron sıçratma yöntemi ile büyütüle DLC filmin karbon bağı enerji seviyelerini belirlemek için yapılan XPS analiz sonucu Şekil 5'de verilmektedir. Grafik incelendiğinde literatürdeki değerlere benzer olarak carbon bağlarının varlığı tespit edilmiştir

(Merel et al., 1998; Geng et al., 2002; Smano et al., 2002). C-1s 282.6 eV, C-sp² 284.5 eV ve C-sp³ 285.2 eV olarak tespit edilmiştir. Karbon bağlarının yüzde miktarları ise şu şekilde belirlenmiştir: C-1s=%51, C-sp²=%26, C-sp³=%23.

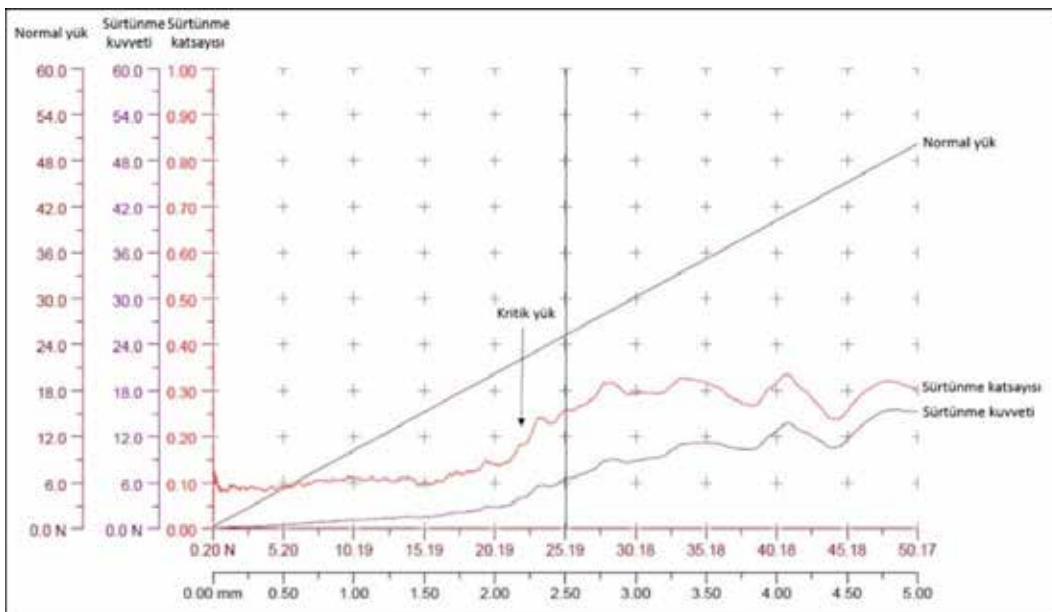


Şekil 5. TiN/TiCN/DLC filmin karbon elementi XPS grafiği

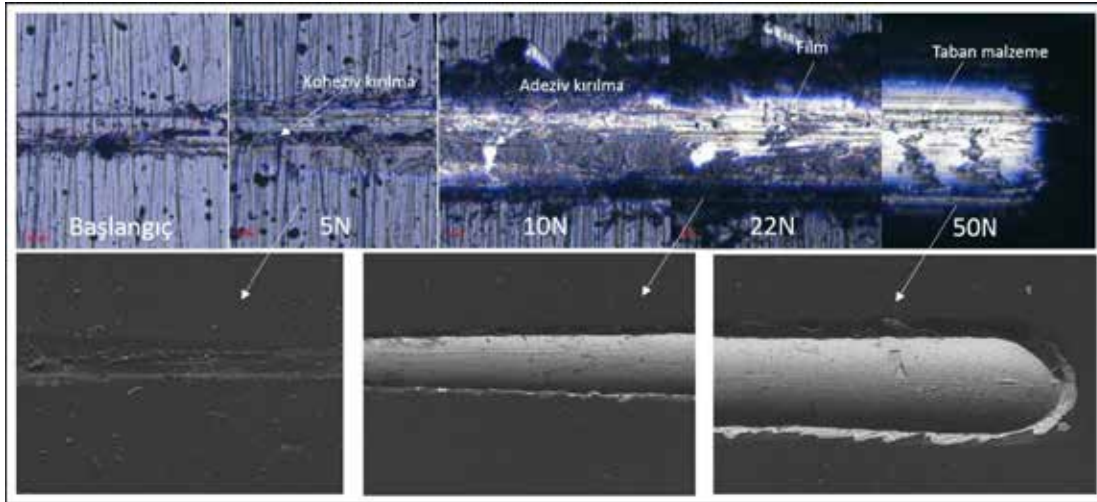
TiN/TiCN/DLC filmin mikrosertlik değeri Vickers mikrosertlik yöntemi ile Buehler mikrosertlik cihazında 10 gf yük altında tespit edildi. İncel taban malzemenin mikrosertlik değeri 2.1 GPa olarak, filmin mikrosertlik değeri ise 39.8 GPa olarak belirlendi. Sayısal değerler en az üç ölçüm yapıldıktan sonra ortalama değeri alınarak bulunmuştur. Literatürdeki değerler ile karşılaştırıldığında TiN/TiCN aratabaka kullanımının filmin sertliğini artırdığı görülmektedir (Masripan et al., 2013; Kang et al., 2015).

TiN/TiCN/DLC filmin artan yük çizik test sonucu elde edilen sürtünme katsayısı- normal yük grafiği şekil 6'da verilmektedir. Bu tür grafiklerde sürtünme katsayısında artışın meydana geldiği yük miktarı filmin

taban malzemedan belirgin olarak ayrılmaya başladığı ilk kritik yük olarak tespit edilir. Burada kritik yük değeri olarak 22 N belirlenmiştir. Literatürde yapılan çalışmalarda takım çeliği üzerine kaplanmış DLC kaplamaların adezyon değerleri mN seyilerinden (Chen et al., 2009; Shahsavari et al., 2016) birkaç N seviyesine kadar (Lima-Oliveira, 2012) değişim göstermektedir. TiN/TiCN/DLC filmin adezyon değeri literatürdeki değerlerle karşılaştırıldığında oldukça iyi bir değere sahip olduğu görülmektedir. Literatürde ultra yüksek sertliğe sahip arabataka destekli DLC filmler mevcuttur ancak bu filmler adezyon konusunda kritik değerlere sahiptir. TiN/TiCN/DLC filmin optimum sertlik ve adezyon değerlerine sahip olduğu söylenebilir.



Şekil 6. TiN/TiCN/DLC filmin çizik test sonucu sayısal veriler grafiği

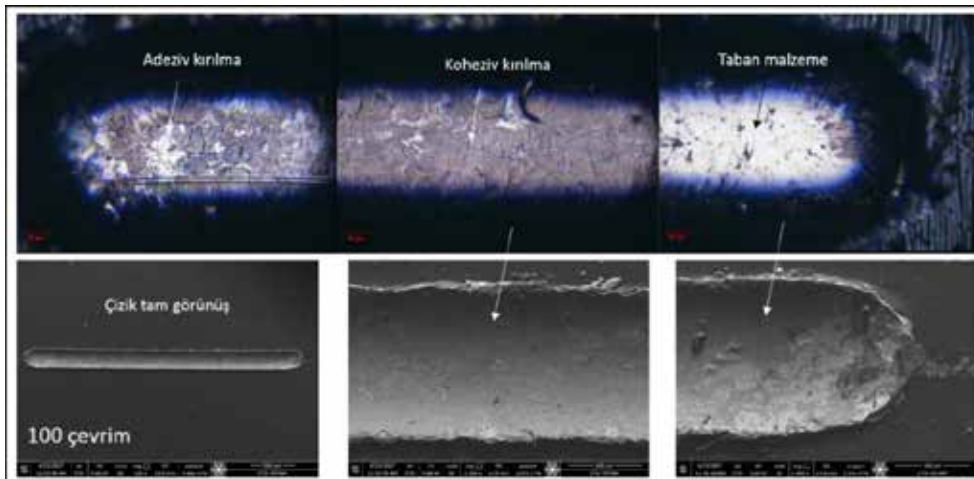


Şekil 7. TiN/TiCN/DLC filmin artan yük çizik testi mikroskop ve SEM görüntüleri

TiN/TiCN/DLC filmin artan yük çizik testinden elde edilen mikroskop ve SEM görüntüleri Şekil 7’de verilmektedir. Görüntüler incelendiğinde filmde 5N’den itibaren kohezyiv çatlakların başladığı görülmektedir. Küçük çapta ilk adeziv çatlaklar ise 10N’den itibaren oluşmaya başlamıştır. 22N yükte ise filmde çok belirgin olarak adeziv ayrılmalar ve kopmalar artık meydana gelmeye başlamıştır. Film bu yükten itibaren taban malzeme üzerindeki bağlılığını kaybetmeye başlamıştır. Çizik testinin son noktası olan 50N yükteki görüntülere bakıldığında ise film taban malzeme olan inconnelenden büyük oranda ayrılmıştır. Literatürdeki kırılma yük değerlerine göre TiN/TiCN aratabakaya sahip DLC kaplamasının daha iyi adezyona sahip olduğu açıkça söylenebilir.

TiN/TiCN/DLC filmin yorulma benzeri dayanımını belirlemek için sabit yükte çoklu çizik testleri yapılmış ve 10N yükte 100 çevrim sonunda elde edilen mikroskop ve SEM görüntüleri Şekil 8’de verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde oluşan izin orta kısmında filmde sadece kohezyiv ayrılmalar meydana gelmiş, çok az miktarda adeziv ayrılmalar oluşmuştur.

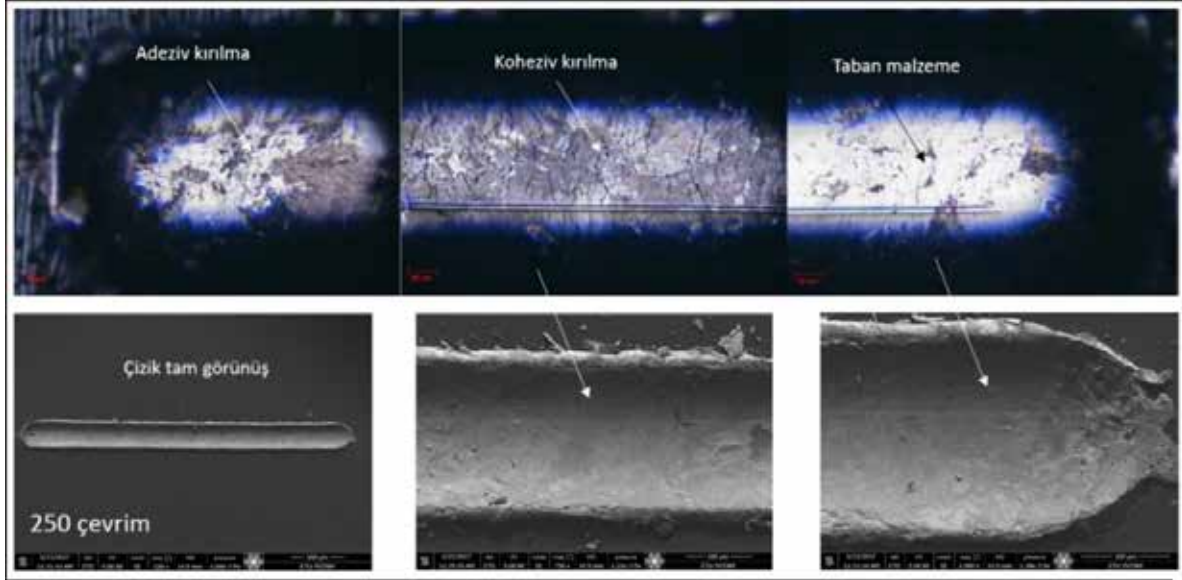
Film 100 çevrim sonunda gayet iyi yorulma dayanımı göstermiştir. İzin uç noktalarında ise daha yoğun adeziv ayrılmalar meydana gelmiştir. Bu yoğun adeziv ayrılmaların nedeni batıcı ucun önünde biriken filmde kopmuş karbon tabakasının izin bitiş noktalarında birikerek filme daha fazla yük uygulamış olması gösterilebilir.



Şekil 8. TiN/TiCN/DLC filmin 10N yükte 100 çevrim sonundaki mikroskop ve SEM görüntüleri

250 çevrim sonunda elde edilen mikroskop ve SEM görüntüleri Şekil 9'da verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde filmde çok yoğun koheziv kırılmaların meydana geldiği ve ilaveten adeziv ayrılmalarda 100 çevrime göre artışın olduğu görülmektedir. Film 250

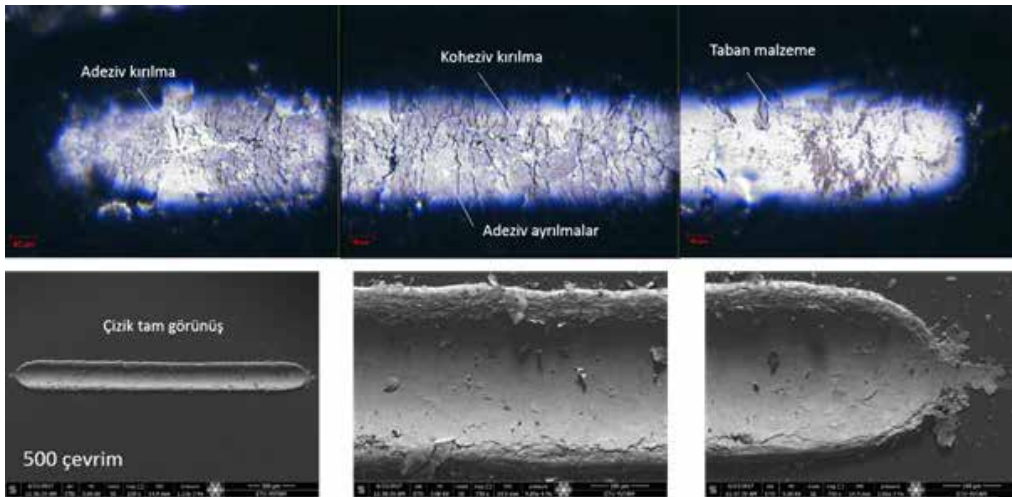
çevrim sonunda büyük oranda taban malzeme yüzeyinde varlığını devam ettirmiş, 100 çevrim kadar olmasa da yine de iyi bir yorulma dayanımı sergilemiştir. İz kenarlarında önceki sonuçta olduğu gibi daha yoğun adeziv ayrılmalar mevcuttur.



Şekil 9. TiN/TiCN/DLC filmin 10N yükte 250 çevrim sonundaki mikroskop ve SEM görüntüleri

Son olarak TiN/TiCN/DLC filmin 500 çevrim sonuçları Şekil 10 'da verilmektedir. Görüntüler incelendiğinde koheziv kırılmaların yanı sıra çok yoğun bir şekilde adeziv ayrılmaların meydana

geldiği görülmektedir. 500 çevrim sonunda TiN/TiCN/DLC film yorulma dayanımı gösterememiş, inconel taban malzeme yüzeyinden büyük oranda ayrılmıştır.



Şekil 10. TiN/TiCN/DLC filmin 10N yükte 500 çevrim sonundaki mikroskop ve SEM görüntüleri

TiN/TiCN/DLC filmin sabit yükte çoklu çizik testlerinde elde edilen sürtünme katsayısı grafikleri Şekil 11'de verilmektedir. İlk temasta sürtünme katsayısı 0.1'den başlamakta, çizikteki ilk geri dönüşte

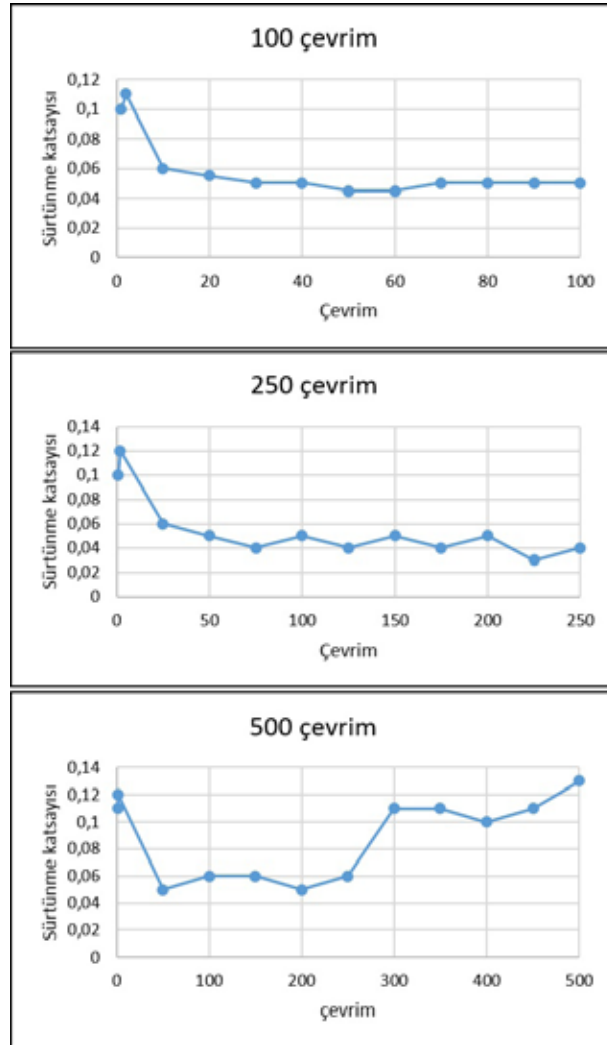
0.11 değerini almakta ve 10 çevrim sonrasında 0.06 seviyesine inmektedir. İlk 100 çevrimde sürtünme katsayısı bu değer civarında salınım göstermiştir ve kararlı bir durum sergilemiştir. Bunun nedeni filmde

adeziv kopmaların oluşmaması ve filmin iyi dayanım göstermesidir. 250 çevrim boyunca sürtünme katsayıları incelendiğinde, 100 çevrimden sonra biraz daha dalgalı bir seyir izlemiş ve ortalama 0.04 civarında bir değer almıştır.

Oluşan bu düşük değer film ile batıcı uç arasında çevrim sayısının artışına bağlı olarak kaygan bir film oluşumundan kaynaklandığı söylenebilir.

Dalgalanmanın daha fazla olmasının nedeni ise filmde artmaya başlayan adeziv ayrılmalar gösterilebilir. 500 çevrim sonuçları incelendiğinde, 250 çevrimden sonra sürtünme katsayısında hızlı bir artışın olduğu görülmektedir. Bunun nedeni filmin bu çevrimden sonra taban malzemeden adeziv olarak belirgin bir şekilde ayrılmasıdır. 400 çevrimden sonra ise taban malzemede başlayan deformasyonlar sonucu artış yukarı yönlü tekrar devam etmeye başlamıştır.

Tüm sonuçlar değerlendirildiğinde, magnetron sıçratma yöntemi ile büyütülen TiN/TiCN/DLC filmin düşük yüklem koşullarında çalışan ve sürütünme-aşınmaya maruz kalan makine yüzeylerine kaplanması durumunda çok düşük sürütünme ve buna bağlı olarak çok düşük aşınma değerlerinin elde edilebileceği tespit edilmiştir. Buna ilaveten, yine düşük yüklemelere maruz kalan (birim alana başına 10N'dan az) makine parçalarında sahip olduğu iyi adezyon ve kohezyon bağlarından dolayı servis şartlarında uzun süre görevini yetirebileceği bu çalışmanın verilerine bakılarak söylenebilir. Bu Çalışmaya ilaveten TiN/TiCN/DLC filmin farklı ortamlarda ve farklı yüklerde sürütünme-aşınma davranışlarının detaylı olarak belirlenmesi filmin literatüre kazandırılması ve endüstride hangi alanlarda kullanımının daha verimli olacağını belirlenmesi açısından da önemli olacağı düşünülmektedir.



Şekil 11. TiN/TiCN/DLC filmin 10N yükte 100, 250 ve 500 çevrim boyunca elde edilmiş sürtünme katsayıları grafikleri

SONUÇ

- TiN/TiCN/DLC film magnetron sıçratma yöntemi ile inconel taban malzemeler üzerine yoğun bir yapıda büyütülmüş.
- Filmin mikrosertlik değeri 39,8 GPa olarak tespit edilmiş olup bu değer literatürdeki değerlere göre oldukça yüksektir.

KAYNAKLAR

- Banaszek K, Januszewicz B, Wołowicz E, Klimek L, 2015. Complex XRD and XRF characterization of TiN-TiCN-TiC surface coatings for medical applications. *Solid State Phenomena*, 225.
- Bewilogua K, Wittorf R, Thomsen H, Weber M, 2004. DLC based coatings prepared by reactive d.c. magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, 447-448; 142-147.
- Chen K. W, Lin, J. F, 2009. The study of adhesion and nanomechanical properties of DLC films deposited on tool steels. *Thin Solid Films* 517; 4916-4920.
- Chowdhury S, Laugier M. T, Rahman I. Z, 2004. Characterization of DLC coatings deposited by rf magnetron sputtering. *Journal of Materials Processing Technology*, 153-154; 804-810.
- Gayathri S, Kumar N, Krishnan R, Ravindran T. R, Dash S, Tyagi A. K, Raj Baldev, Sridharan M, 2012. Tribological properties of pulsed laser deposited DLC/TM (TM=Cr, Ag, Ti and Ni) multilayers. *Tribology International*, 53; 87-97.
- Geng S, Zhang S, 2002. Onishi, H. XPS Applications in Thin Films Research. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 17; 234 .
- Hongxi L, Yehua J, Rong Z, Baoyin T, 2012. Wear behaviour and rolling contact fatigue life of Ti/TiN/DLC multilayer films fabricated on bearing steel by PIIIID. *Vacuum*, 86; 848-853.
- Jelínek M, Smetana K, Kocourek T, Dvořánková B, Zemek J, Remsa J, Luxbacher T, 2010. Biocompatibility and sp³/sp² ratio of laser created DLC films. *Materials Science and Engineering: B Advanced Functional Solid-State Materials*, 169; 89-93.
- Kang, S, Lim H. P, Lee K, 2015. Effects of TiCN interlayer on bonding characteristics and mechanical properties of DLC-coated Ti-6Al-4V ELI alloy. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 53; 13-16.
- Kovacı H, Yetim A. F, Baran Ö, Çelik A, 2016. Fatigue crack growth behavior of DLC coated AISI 4140 steel under constant and variable amplitude loading conditions. *Surface and Coatings Technology*, 304; 316-324.
- Lima-Oliveira D. A, 2012. Adhesion Studies of Diamond-Like Carbon Films Deposited on Ti6Al4V Alloy after Carbonitriding. *Open J. Met.* 2; 1-7.
- Masripan N. A, Nor O, Kenji U, Noritsugu K, Hiroyuki T, Takayuki I, Shigeru, Koji, 2013. Hardness effect of DLC on tribological properties for sliding bearing under boundary lubrication condition in additive-free mineral base oil. *Tribology International* 65; 265-269.
- Mérel P, Tabbal M, Chaker M, Moisa S, Margot J, 1998. Direct evaluation of the sp³ content in diamond-like-carbon films by XPS. *Appl. Surf. Sci.* 136; 105-110.
- Noda M, Umeno, M, 2005. Coating of DLC film by pulsed discharge plasma CVD. *Diamond and Related Materials*, 14; 1791-1794.
- Ohana T, Nakamura T, Suzuki M, Tanaka A, Koga Y, 2004. Tribological properties and characterization of DLC films deposited by pulsed bias CVD. *Diam. Relat. Mater.* 13; 1500-1504.
- Samano E. C, Soto G, Olivias A, Cota L, 2002. DLC thin films characterized by AES, XPS and EELS. *Appl. Surf. Sci.* 202; 1-7.
- Segura-Giraldo B, Restrepo-Parra E, Arango-Arango P. J, 2009. On the influence of a TiN interlayer on DLC coatings produced by pulsed vacuum arc discharge: Compositional and morphological study. *Appl. Surf. Sci.*, 256; 136-141.
- Shahsavari F, Ehteshamzadeh M, Naimi-Jamal M. R, Irannejad A, 2016. Nanoindentation and nanoscratch behaviors of DLC films growth on different thickness of Cr nanolayers. *Diam. Relat. Mater.* 70; 76-82.
- Siow P. C, Ghani J. A, Talib R. J, Ghazali M. J, Che Haron C. H, Characterization using XPS and XRD of Ti(C,N) coating properties for cutting tool applications. *InterCeram Int. Ceram. Rev.* 64; 287-290.
- Voevodin A. A, Capano M. A, Laube S. J. P, Donley M. S, Zabinski J. S, 1997. Design of a Ti/TiC/DLC functionally gradient coating based on studies of structural transitions in Ti-C thin films. *Thin Solid Films* 298; 107-115.