

Magnetron Sıçratma Yöntemiyle Kaplanmış TiNbN ve TiVN Filmlerin Mekanik ve Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi

Özlem BARAN*

Erzincan Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Erzincan 24100, Türkiye

Geliş tarihi/Received 17.02.2017

Düzeltilerek geliş tarihi/Received in revised form 17.05.2017

Kabul tarihi/Accepted 15.06.2017

Öz

Nikel alaşımları, özellikle de Inconel, geniş bir sıcaklık aralığında iyi mekanik özellikler göstermektedir. Ancak, bu alaşımların aşınma direnci oldukça düşüktür. Geçiş metal nitrid filmler yüksek sertlikleri, düşük sürtünme katsayısı ve iyi aşınma direnci sebebiyle endüstrinin pek çok alanında yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Bu çalışmada; Inconel 600 taban malzemenin aşınma direncini artırabilmek amacıyla, TiNbN ve TiVN filmler bu taban malzemeler üzerine kapalı alan dengesiz magnetron sıçratma yöntemi kullanılarak kaplanmıştır. Filmlerin yapısal özellikleri XRD, SEM ve EDS kullanılarak analiz edilmiş, mekanik özellikleri nanosertlik ve çizik testleri ile belirlenmiştir. Sürtünme ve aşınma özellikleri aşınma deney düzeneği kullanılarak belirlenmiştir. TiVN ve TiNbN filmler yoğun ve kolonsal bir mikroyapı sergilemiştir. XRD analiz sonuçlarına göre; TiVN filmler için TiVN (111) ve TiNbN filmler için TiNbN (111) en baskın fazlardır. TiVN filmler ile karşılaştırıldığında, daha yüksek film kalınlığına ve %N içeriğine, daha baskın (111) oryantasyonuna ve daha düşük tane boyutuna sahip TiNbN filmler daha yüksek sertlik ve daha iyi adezyon sergilemiştir. TiVN ve TiNbN filmler Inconel 600 taban malzemenin aşınma direncini önemli ölçüde artırmıştır. TiVN filmlerle kıyaslandığında, daha yüksek sertlik ve daha iyi adezyona sahip TiNbN filmler daha düşük sürtünme katsayısı ve daha düşük aşınma oranı ile taban malzemenin tribolojik özelliklerini önemli ölçüde iyileştirmiştir.

Anahtar kelimeler: Adezyon, Aşınma, Inconel 600, TiNbN, TiVN

Investigation of Mechanical and Tribological Properties of TiNbN and TiVN Films Deposited by Magnetron Sputtering Method

Abstract

Nickel alloys, especially Inconel, show good mechanical properties in a wide temperature range. But, the wear resistance of this alloys are fairly low. Due to high hardness, low friction coefficient and good wear resistance, transition metal nitride films are commonly used in industry. In this study; for the purpose of increasing the wear resistance of Inconel 600 substrate, TiNbN and TiVN films were coated on these substrates using Closed Field Unbalanced Magnetron Sputtering method. The structural properties of the films were analyzed using XRD, SEM and EDS, the mechanical properties were determined by nanohardness and scratch tests. The friction and wear properties were determined using the wear test method. The TiNbN and TiVN films exhibit a dense and columnar microstructure. According to XRD analyze results; TiVN (111) and TiNbN (111) were dominant phases for the TiVN and TiNbN films, respectively. Compared with the TiVN films,

*Özlem BARAN, obaran@erzincan.edu.tr, Tel: (0 446) 224 00 88

due to the higher film thickness and %N content, the dominant (111) orientation and the smaller grain size, the TiNbN films exhibited the higher hardness and better adhesion. The TiVN and TiNbN films considerably increased the wear resistance of Inconel 600 substrate. When compared with the TiVN films, the TiNbN films with the higher hardness and better adhesion significantly improved the tribological properties of the substrate with lower friction coefficient and lower wear rate.

Keywords: Adhesion, Wear, Inconel 600, TiNbN, TiVN

1. Giriş

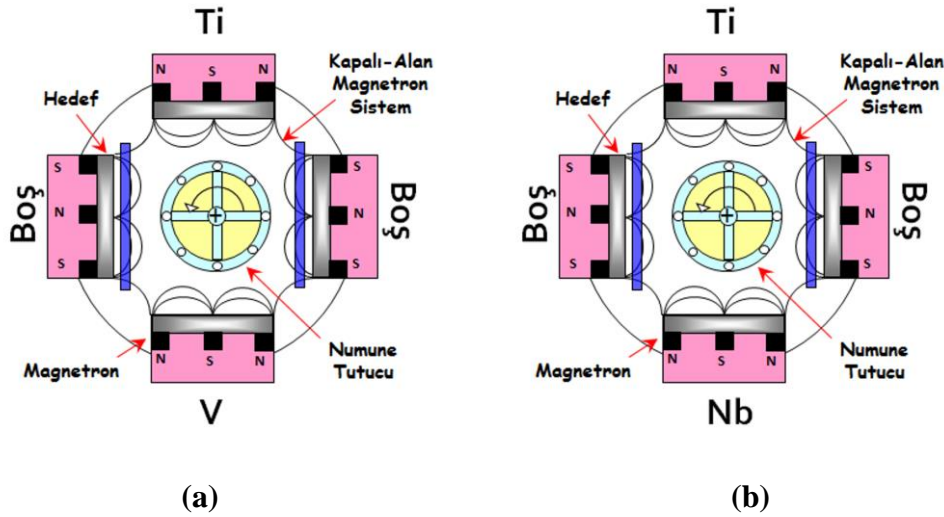
Nikel ve alaşımları, korozif ortamdaki mükemmel korozyon direnci ve yüksek sıcaklıklardaki oksidasyon direnci sebebiyle türbin yapımında, petrol ve kimya endüstrisinde kullanılırlar (Makuch ve Kulka, 2014). Ancak bu alaşımlar düşük sertliğe sahiptir ve zayıf tribolojik özellikler sergiler. Bu alaşımların tribolojik özelliklerini iyileştirmek amacıyla plazma nitrüleme ve borlama gibi yüzey sertleştirme işlemleri, fiziksel buhar biriktirme (FBB) ve kimyasal buhar biriktirme (KBB) gibi kaplama yöntemleri kullanılmaktadır (Mindivan ve Mindivan, 2013). FBB yöntemi kullanılarak büyütülen yüksek sertliğe sahip geçiş metal nitrür filmler, aşınmaya dirençli yüzeyler sağlar (Petrov vd., 1997). Bu filmlerden, endüstriyel uygulamalarda ilk kullanılanı TiN filmlerdir. TiN filmlerin büyütülmesinde en çok tercih edilen yöntem magnetron sıçratma yöntemidir. Çok yüksek sertliğe sahip TiN filmler oldukça gevrek ve düşük tokluğa sahiptir. Metal nitrür filmlerin tokluklarını artırmak amacıyla genellikle kaplama esnasında ikinci bir metal eklenir (Baker vd., 2003; Öztürk vd., 2008). Bunshah (Bunshah, 2001) TiN filmler ile kıyaslandığında TiZrN, TiHfN, TiNbN, TiVN ve TiCrN gibi üçlü geçiş metal nitrür filmlerin daha iyi performans sergilediğini rapor etmiştir.

Bu çalışmada, Inconel 600 taban malzemenin tribolojik özelliklerini iyileştirmek amacıyla, bu taban malzemeler üzerine kapalı alan dengesiz magnetron sıçratma yöntemi kullanılarak TiNbN ve TiVN filmler kaplanmış ve kaplanan filmlerin Inconel 600 taban malzeme üzerindeki yapısal, mekanik ve tribolojik özellikleri incelenmiştir.

2. Amaç, Gereç ve Yöntem

TiVN ve TiNbN filmler, yapısal analizler için cam taban malzemeler, mekanik ve tribolojik analizler için ise Inconel 600 taban malzemeler üzerine kaplanmıştır. Inconel 600 taban malzemelerin yüzeyleri 1200 mesh SiC zımpara ve ardından 0,05 µm tane boyutundaki α-alümina ile parlatılarak Ra≤0,07 µm pürüzlülük değerine getirilmiştir. Kaplama işlemi Şekil 1'de şematik olarak gösterilen, Teer Coating Ltd. (Teer, 1996) tarafından üretilmiş kapalı alan dengesiz magnetron sıçratma sistemi ile gerçekleştirilmiştir.

TiVN filmler için sistemde bir Ti ve bir V hedef, TiNbN filmler için ise bir Ti ve bir Nb hedef kullanılmıştır. Sistem içindeki numune tutucusuna yerleştirilen taban malzemelerin üzerine büyütülen filmlerin kalınlığının ve kimyasal bileşiminin homojen olması için, numune tutucu kendi eksenini etrafında 1,5 dev/dk hız ile döndürülmüştür. TiVN ve TiNbN filmler büyütülmeden önce, Inconel 600 ve cam taban malzemelerin yüzeyinde bulunabilecek kirlilikleri gidermek amacıyla Argon soygaz ile 30 dk (taban malzemelere 800 V negatif gerilim uygulanarak) iyon temizleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Filmlerin taban malzemeye adezyonunu artırmak ve film-taban malzeme ara yüzeyinde oluşacak artık gerilmeleri azaltmak (Pan vd., 1998) için taban malzemeler üzerine 0,33 Pa çalışma basıncı altında 1,5 A Ti hedef akımı kullanılarak 5 dk Ti ara tabaka kaplanmıştır. Ti ara tabakanın, TiVN ve TiNbN filmlerin büyütülmesi esnasında taban malzemeye -100 V darbeli-DC (T:2 µs, F:150 kHz) gerilim uygulanmıştır.



Şekil 1. Teer Coating kapalı alan dengesiz magnetron sıçratma sistemi (a) TiVN film için (b) TiNbN film için.

TiVN filmlerin kaplanmasında Ti ve V hedeflere, TiNbN filmlerin kaplanmasında ise Ti ve Nb hedeflere 1,5 A hedef akımları uygulanmıştır ve kaplamalar esnasındaki Argon akış oranı 25 sccm, N₂ akış oranı 5 sccm, çalışma basıncı 0,33 Pa'dır. Film kaplama süreleri her iki kaplama içinde 80 dk'dır. TiVN ve TiNbN filmlerin mikroyapısal ile stokiometrik analizleri ve aşınma iz görüntüleri ile aşınma izi stokiometrik analizleri FEI Quanta FEG-450 SEM-EDAX sistemi ile yapılmıştır. Kaplanan filmlerin kalınlıkları cam taban malzemelerin kırılma yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri ile tespit edilmiştir. Inconel 600 taban malzemeler üzerine kaplanmış TiVN ve TiNbN filmlerin XRD ölçümleri $\lambda=1,5405 \text{ \AA}$ dalga boyunda CuK α radyasyon kaynaklı Panalytical Empyrean-XRD cihazı ile yapılmıştır. Ölçüm değerleri, $2\theta=20-80^\circ$ tarama açısında ve $2,0^\circ \text{ dk}^{-1}$ tarama hızında elde edilmiştir. XRD sonuçları ICDD (The International Centre for Diffraction Data) pik dosyaları kullanılarak mukayese edilmiştir. Filmlerin tane boyutlarını belirleyebilmek için XRD analizinden tam genişlik yarı maksimum değerleri ölçülmüş ve ortalama tane boyutları aşağıdaki eşitlikte verilen Scherrer formülü ile tespit edilmiştir.

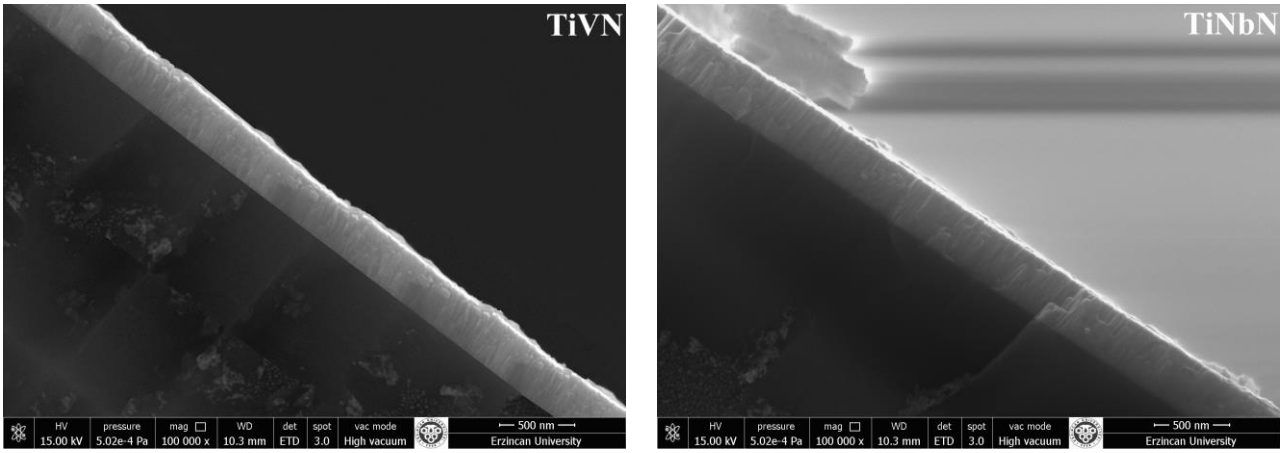
$$T = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

Bu eşitlikte; λ bakır hedefin dalga boyu, β tam genişlik yarı maksimum ve θ kırınım açısıdır.

Filmlerin sertlikleri CSM-nanosertlik test cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Nanosertlik deneyleri Berkovich uç kullanılarak 1 mN yük altında yapılmıştır. Her bir filmde 10 ölçüm alınmıştır. Filmlerin taban malzemeye adezyonunu belirlemek için CSM-Revetest çizik test cihazı kullanılmıştır. Kritik yük değerleri 0,22 mm çapındaki Rockwell-C elmas batıcı uç ile 100 N/dk yük altında ve 10 mm/dk kayma hızında ölçülmüştür. Inconel 600 taban malzemeler üzerine kaplanmış TiVN ve TiNbN filmlerin tribolojik özelliklerini belirlemek için CSM tribo-test aşınma cihazı kullanılmıştır. Aşınma deneyleri normal atmosfer ortamında (nem (%RH) miktarı yaklaşık %45-55), Al₂O₃ (6,25 mm çapında) bilyalar kullanılarak, 1 N yük altında ve 5 cm/s hızda 10 dk süreyle yapılmıştır (aşınma izi çapı 3,5 mm'dir). Aşınma oranları, aşınma deneyi sonrasında oluşan iz profillerinden optik profilometre kullanılarak belirlenmiştir.

3. Bulgular ve Tartışma

Darbeli-doğru akım kapalı alan dengesiz magnetron sıçratma yöntemi ile cam taban malzemeler üzerine büyütülen TiVN ve TiNbN filmlerin kırılma yüzeyi SEM görüntüleri Şekil 2'de verilmiştir. TiVN filmler 360 nm ve TiNbN filmler 400 nm kalınlığa sahiptir. Her iki film de, oldukça yoğun ve kolonsal bir mikroyapı sergilemiştir. Inconel 600 taban malzemelerin üzerine kaplanmış TiVN ve TiNbN filmlerin XRD



Şekil 2. TiVN ve TiNbN filmlerin kırılma yüzeyi SEM görüntüleri

grafığı Şekil 3'te verilmiştir. TiVN filmler; TiVN (111), TiVN (220) ve TiN (222) fazlarına sahiptir. TiNbN filmler; TiNbN (111), TiNbN (200), TiNbN (220) ve TiN (222) fazlarına sahiptir. Her iki filmde de en baskın fazlar TiVN (111) ve TiNbN (111) fazlarıdır. TiNbN (111) fazının yoğunluğu TiVN (111) fazının yoğunluğundan daha fazladır. TiNbN (111) fazının yoğunluğundaki artış TiN (111) fazı ile ilişkilidir. TiN filmlerde görülen (111) fazının nispi yoğunluğu film kalınlığı ile birlikte artar (Oh ve Je, 1993). Bu nedenle, daha yüksek film kalınlığına (400 nm) sahip TiNbN filmde daha baskın büyüyen TiNbN (111) fazı literatürle uyşmaktadır.

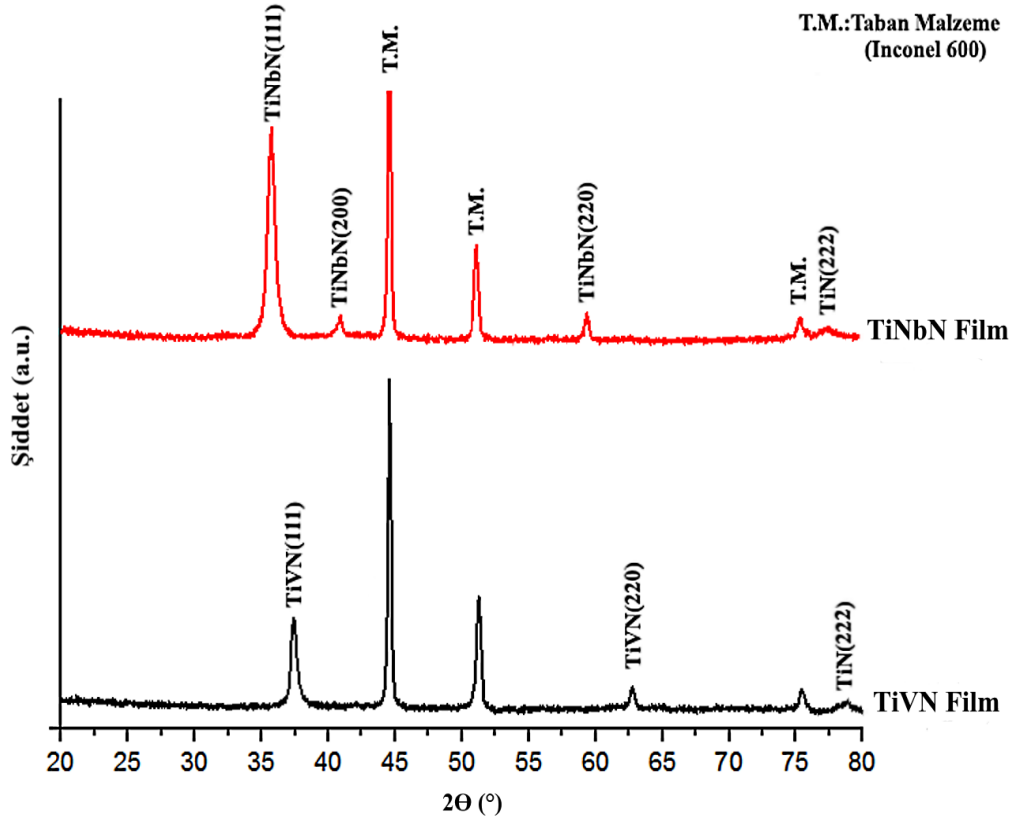
TiVN ve TiNbN filmlerin kimyasal bileşimi EDS analizi ile belirlenmiştir. EDS analizi ile elde edilen element içeriklerine (% atom) ait nicel sonuçlar Tablo 1'de verilmiştir. Ayrıca Inconel 600 taban malzemeler üzerine kaplanmış TiVN ve TiNbN filmlerin sertlik değerleri de Tablo 1'de verilmiştir. EDS analiz sonuçlarına göre; TiVN filmler için %N içeriği 43,02, TiNbN filmlerde ise 47,29'dur. TiN esaslı filmlerde yapı içindeki %N içeriği arttıkça filmlerin sertliğinin arttığı rapor edilmiştir (Tsai vd., 2010; Wu vd., 2016). Bu çalışmada da benzer şekilde, TiVN filmlerle karşılaştırıldığında, TiNbN filmlerde artan %N içeriği ile sertliğin arttığı gözlemlenmiştir. Ayrıca (111) fazı film sertliği için önemli bir faktördür (Sundgren, 1985; Chou vd., 2001). Geçiş metal nitrür filmlerde en sert oryantasyon (111) oryantas-yonu olarak bilinmektedir (Lin vd., 2010). Bu nedenle

TiNbN filmlerde daha yüksek yoğunluğa sahip (111) fazı yüksek sertliğe yol açmıştır.

Bunların yanı sıra tane boyutu filmlerin sertliği üzerinde önemli bir role sahiptir. Hall-Petch ilişkisine bağlı olarak tane boyutu azaldıkça sertlik değeri artmaktadır (Petch, 1953; Miyamura vd., 2007). Tane boyutundaki azalma tane sınırlarının yoğunluğunu artırarak dislokasyon hareketini engelleyip sertliğin artmasına sebep olur (Söderberg vd., 2005). Bu çalışmada TiVN filmlerin tane boyutları yaklaşık olarak 45 nm ve TiNbN filmlerin tane boyutları ise yaklaşık olarak 35 nm'dir. TiNbN filmlerin daha düşük tane boyutu sonucu sertliğinin de yüksek olması literatürdeki sonuçlarla örtüşmektedir. Martinez ve arkadaşları (Martinez vd., 2014) TiN filmlerde artan kalınlıkla filmlerin sertliğinin arttığını rapor etmiştir. TiVN filmler ile kıyaslandığında, daha yüksek film kalınlığına sahip TiNbN filmlerin daha yüksek sertliği de literatür sonucu ile uyşmaktadır.

İnce filmlerin dayanıklılığı ve ömrü, bu filmlerin taban malzemeye adezyonuna bağlıdır (Mittal, 1976). Çizik testi ince sert filmlerin adezyonunun belirlenmesinde, pratikliği, basitliği, hızı, geniş uygulanabilirliği ve ticari kullanılabilirliği nedeniyle kullanılan bir yöntemdir (Gonczy ve Randall, 2005).

Geleneksel çizme testi, adezyon hasarı ortaya çıkana kadar artan yük altında kaplanmış yüzeyin bir elmas kalem ile çizilme işlemini



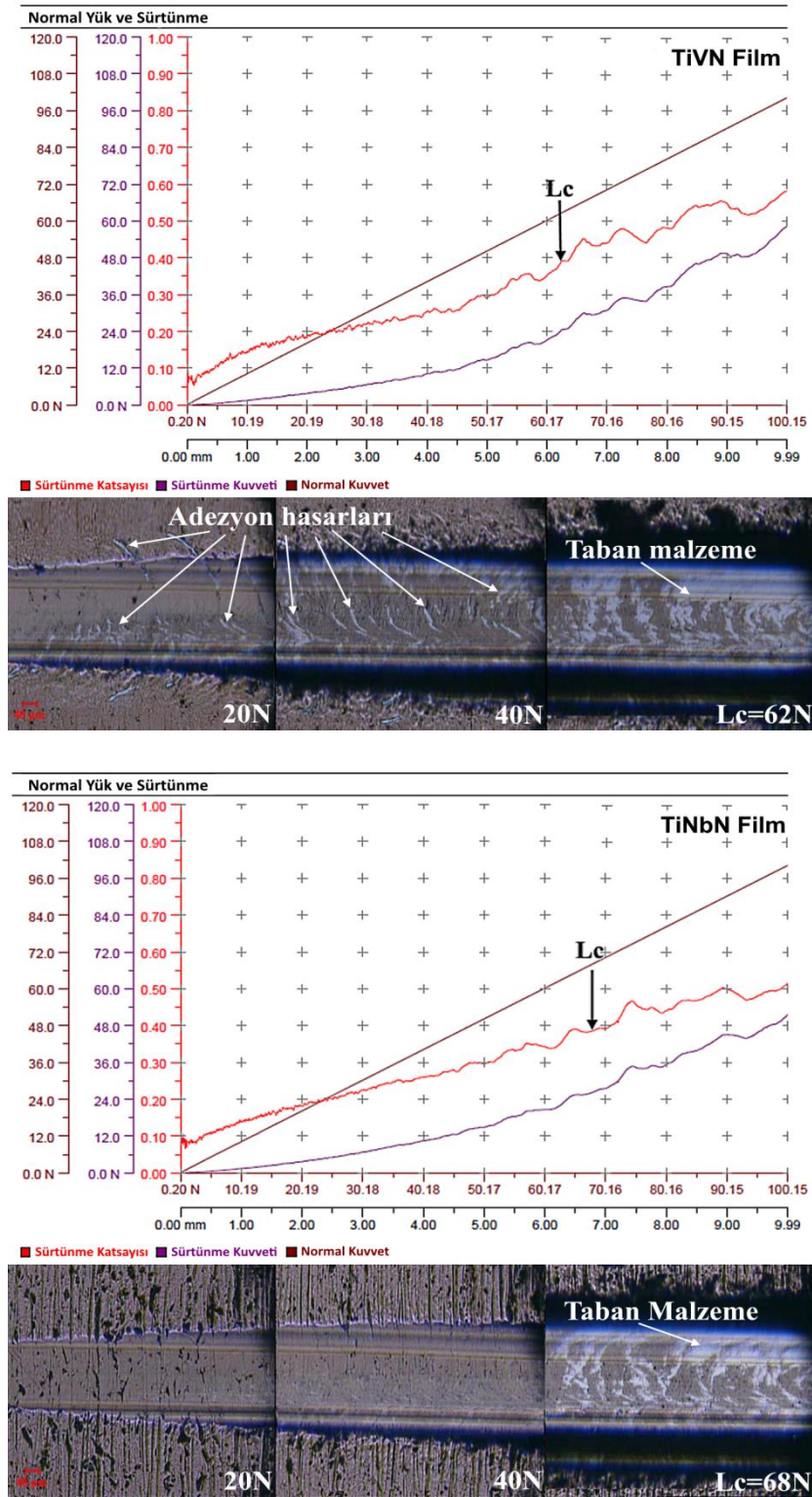
Şekil 3. TiVN ve TiNbN filmlerin XRD grafiği

Tablo 1. TiVN ve TiNbN filmlerin sertlik değerleri ve EDS analiz (% atom) sonuçları

	Sertlik (GPa)	% atom			
		Ti	V	Nb	N
TiVN	18	29.86	27.12	-	43.02
TiNbN	24	26.16	-	26.55	47.29

içerir ve sonrasında filmin taban malzemeden ayrıldığı andaki yük olan “Kritik Yük (Lc)” değeri belirlenir (Hedenquist vd., 1990). Bu nedenle bu çalışmada filmlerin adezyon değerleri çizik test cihazı ile belirlenmiştir. TiNbN ve TiVN filmler için çizik testi sonucu elde edilen Normal Yük-Sürtünme grafikleri ve çizik izlerinin optik mikroskop görüntüleri Şekil 4’te verilmiştir. Normal Yük-Sürtünme grafiklerine göre, TiVN filmlerin kritik yük (Lc) değeri yaklaşık 62 N ve TiNbN filmlerin kritik yük (Lc) değeri yaklaşık 68 N olarak tespit edilmiştir. Kritik yük; taban malzeme sertliği, film sertliği, film kalınlığı, yüzey pürüzlülüğü, ara yüzey bağlanması, kaplanmış filmin iç özellikleri ve çizik test parametrelerinden (çizme hızı, kullanılan elmas kalemin özellikleri vb.) etkilenmek-

tedir. Rickerby ve Matthews (Rickerby ve Matthews, 1991) artan film kalınlığının ve sertliğin adezyonu iyileştirdiğini rapor etmiştir. Artan film kalınlığı ve sertliği ile taban malzemenin yük taşıma kapasitesi artar böylece taban malzeme deformasyonu azalır (Holmberg ve Matthews, 1994). İyi bir adezyon için, bir kaplama sisteminde net gerilmelerin önemli olduğu, bu sebeple de çeki hasar ve kırılmalarına eğilimi azaltmak için düşük bası gerilmeli filmlerin üretilmesi önerilmiştir (McPhee, 1995). Bu öneriyi destekleyen bir çalışmada, kaplanmış TiN filmlerde film kalınlığı arttıkça filmin bası gerilmelerinin azaldığı ve buna bağlı olarak kritik yükün de arttığı belirtilmiştir (Martinez vd., 2014).



Şekil 4. TiVN ve TiNbN filmler için çizik testi sonucu elde edilen Normal Yük-Sürtünme grafikleri ve çizik izlerinin optik mikroskop görüntüleri.

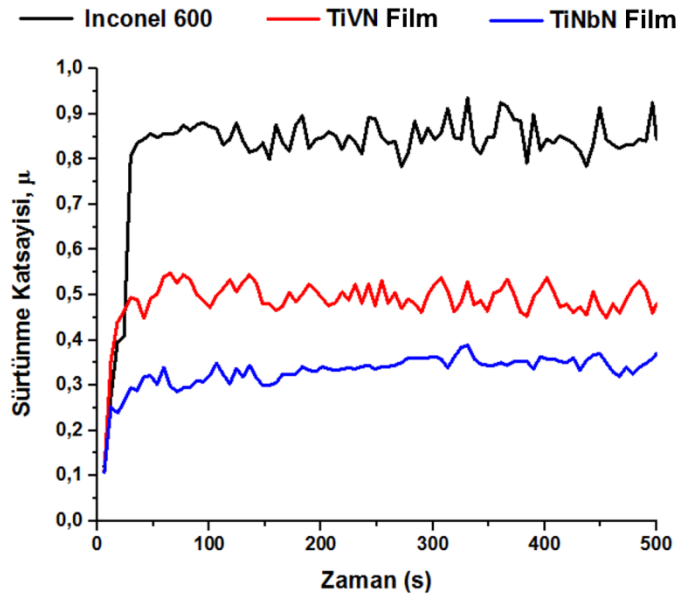
Pogrebnjak ve arkadaşları (Pogrebnjak vd., 2017) (Zr-Ti-Nb)N filmlere Cr ve Si'un eklenmesiyle filmlerin sertliğinin arttığını ve artan sertlikle birlikte adezyonun iyileştiğini rapor etmiştir. Farklı işlem parametreleriyle kaplanmış TiVN filmler için de, en yüksek

sertliğe sahip TiVN filmlerin en yüksek kritik yük değerine sahip olduğu rapor edilmiştir (Montero-Ocampo vd., 2015). Bu çalışmada da benzer bir durum TiNbN filmler için gözlemlenmiştir. TiVN filmler ile kıyaslandığında yüksek film kalınlığı ve sertliği ile

doğru orantılı olarak TiNbN filmlerin kritik yük değeri artmıştır.

TiNbN ve TiVN filmlerden çizik testi sonucu elde edilen izlerin optik mikroskop görüntüleri (Şekil 4) incelendiğinde; TiVN filmlerde düşük yüklerden (yaklaşık 15-20 N) itibaren çizik kenarlarında ve üzerinde adezyon hasarları meydana gelmiş ve artan yük ile birlikte adezyon hasarı artmıştır. TiNbN filmlerde ise yaklaşık 60 N'a kadar adezyon hasarı gözlemlenmemiştir.

Inconel 600 taban malzeme, TiVN ve TiNbN filmlerin tribolojik özellikleri normal atmosfer şartları altında aşınma testi ile belirlenmiştir. Şekil 5'te aşınma testleri sonucu elde edilen Sürtünme Katsayısı-Zaman grafiği verilmiştir. TiVN ve TiNbN filmlerin kaplanması, Inconel 600 taban malzemenin sürtünme katsayısını önemli oranda azaltmıştır. Inconel 600 taban malzeme, TiVN ve TiNbN filmler için sürtünme katsayıları Tablo 2'de verilmiştir.



Şekil 5. Inconel 600 taban malzeme, TiVN ve TiNbN filmler için Sürtünme Katsayısı-Zaman grafiği

Sürtünme katsayıları karşılaştırıldığında, TiNbN filmlerin en düşük sürtünme katsayısına sahip olduğu görülmüştür.

Aşınma testi sonucu elde edilen izlerden optik profilometre kullanılarak, taban malzemenin ve filmlerin aşınma oranları (Tablo 2) tespit edilmiştir. Aşınma oranları sürtünme katsayıları ile doğru orantılı olarak değişmiştir. En yüksek sürtünme katsayısına (0,83) sahip Inconel 600 taban malzemenin en yüksek aşınma oranına ($2,87 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$) sahip olduğu görülmüştür. TiVN ve TiNbN filmler Inconel 600 taban malzemenin aşınma oranını önemli ölçüde azaltmıştır. En düşük sürtünme katsayısına (0,34) sahip TiNbN filmler en düşük aşınma oranını ($9,24 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$) sergilemiştir.

Renevier ve arkadaşları artan sertlik ile sürtünme katsayısının azaldığını rapor etmiştir (Renevier vd., 2000). Archard (Archard, 1953), teorik olarak bir iş parçasının aşınma oranının, parçanın sertliğinin artmasıyla azaldığını rapor etmiştir. Ehiasarian ve arkadaşları (Ehiasarian vd., 2004) düşük aşınma oranı için büyüyen filmin yapısı, sertliği ve bası gerilmeleri arasında uygun bir bileşimin gerektiğini belirtmiştir. Literatürdeki bu sonuçlara bakıldığında bu çalışmada kaplanan TiNbN filmler için düşük aşınma oranı; film yapısı (daha yüksek film kalınlığı ve düşük tane boyutu), yüksek sertlik ve iyi adezyon bileşimi ile sağlanmıştır.

Inconel 600 taban malzeme, TiVN ve TiNbN filmler için aşınma testi sonucu elde edilen

izlerin SEM ve optik mikroskop görüntüleri Şekil 6'da verilmiştir. Ayrıca aşınma izlerinden EDS analizleri sonucu elde edilen element içerikleri (% atom) Tablo 2'de verilmiştir. Aşınma izleri incelendiğinde, Inconel 600 taban malzemede önemli ölçüde abrasiv aşınma meydana geldiği görülmüştür. Bu durum, aşınma esnasında yüzeyde meydana gelen oksit tabakasından kaynaklanmaktadır. EDS analiz sonuçlarına göre

Inconel 600 taban malzemenin yüzeyinde %54,65 oranında oksit tespit edilmiştir. Aşınma testi esnasında yüzeyde oluşan oksit tabakasından kopan oksit tanecikleri abrasiv aşınmaya neden olur (Wang vd., 1999). Yüzeyindeki yüksek oksit miktarından dolayı meydana gelen şiddetli abrasiv aşınma sonucu, Inconel 600 taban malzemede aşınma izinin daha geniş ve daha derin olduğu gözlemlenmiştir.

Tablo 2. Inconel 600 taban malzeme, TiVN ve TiNbN filmler için sürtünme katsayıları, aşınma oranları ve aşınma izlerinden elde edilen EDS analiz (% atom) sonuçları

	Sürtünme Katsayısı, μ	Aşınma Oranı (mm^3/Nm)	% atom							
			Ti	V	Nb	N	O	Taban malzeme elementleri		
								Ni	Cr	Diğer (Fe, Mn, vs.)
Inconel 600	0.83	$2.87 \cdot 10^{-5}$	-	-	-	-	54.65	37.15	5.34	2.86
TiVN	0.49	$5.19 \cdot 10^{-6}$	22.35	20.01	-	38.75	5.43	9.17	2.96	1.33
TiNbN	0.34	$9.24 \cdot 10^{-7}$	25.69	-	25.98	46.9	1.43	-	-	-

TiVN ve TiNbN filmlerde ise aşınma testi sonucunda yüzeyde çok az oranda oksit tespit edilmiştir. TiVN filmler ile kıyaslandığında, TiNbN filmlerin aşınma iz genişliğinin ve derinliğinin daha az olduğu gözlemlenmiştir. TiVN filmlerde adeziv aşınma sonucu filmde incelleme meydana gelmiştir ve buna bağlı olarak EDS analizi sonucu yüzeyde taban malzeme elementlerinin varlığı tespit edilmiştir. TiNbN filmlerin yüzeyinde ise daha az adeziv aşınmanın olduğu, sadece birkaç noktada mikro-burkulma ve çiziklerin meydana geldiği gözlemlenmiştir.

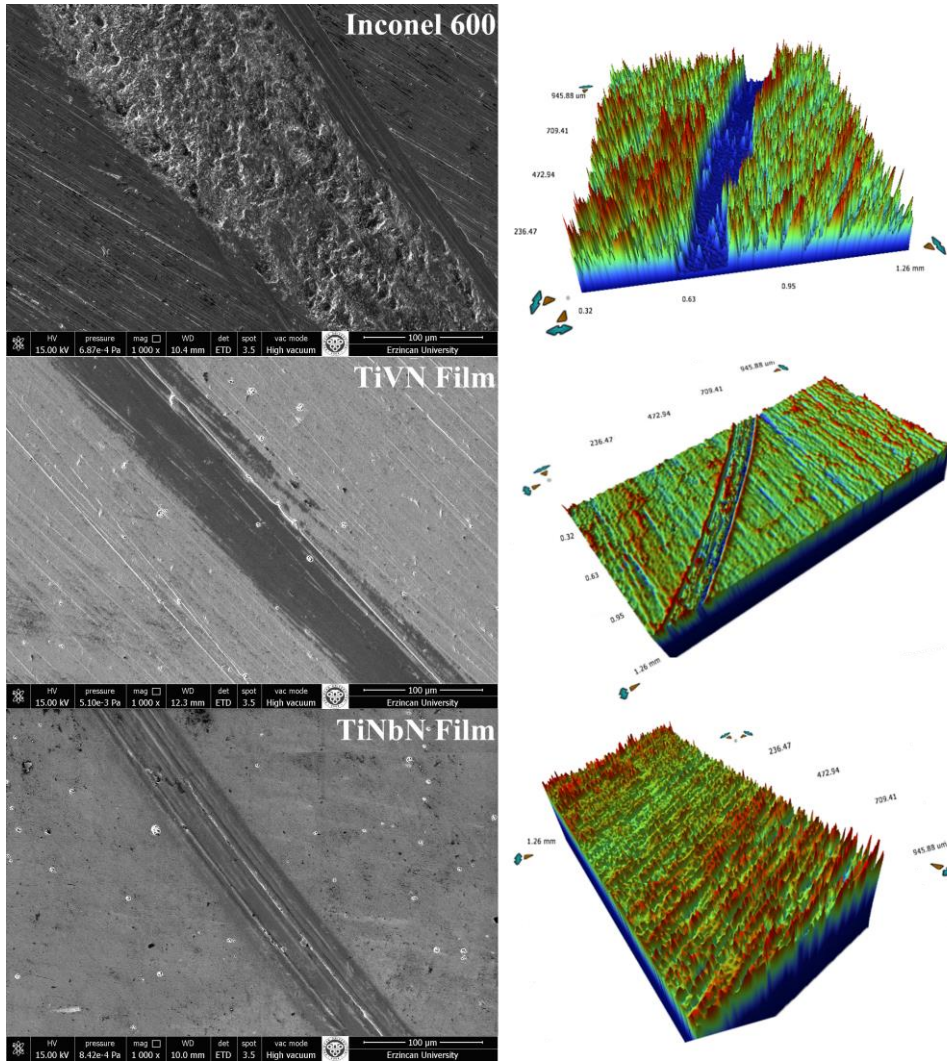
4. Sonuçlar

Bu çalışmada, kapalı alan dengesiz magnetron sıçratma yöntemi kullanılarak Inconel 600 taban malzemeler üzerine TiVN ve TiNbN filmler büyütülmüştür. TiVN ve TiNbN filmler oldukça yoğun ve kolonsal bir mikroyapı sergilemiştir. TiVN filmler için TiVN (111) fazı ve TiNbN filmler için TiNbN (111) fazı en baskın fazlardır. TiVN filmler (360 nm film kalınlığına, % 43,02 N içeriğine ve 45 nm tane boyutuna sahip) ile karşılaştırıldığında, daha yüksek film kalınlığına (400

nm) ve %N içeriğine (% 47,29), daha baskın (111) oryantasyonuna ve daha düşük tane boyutuna (35 nm) sahip TiNbN filmler daha yüksek sertlik (24 GPa) ve daha yüksek kritik yük (68 N) değeri sergilemiştir. Inconel 600 taban malzemenin (0,83 sürtünme katsayısına sahip) aşınma direncini ($2,87 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$), her iki kaplama da önemli ölçüde artırmıştır. 18 GPa sertlik ve 62 N kritik yük değerine sahip TiVN filmlerin aşınma test sonucunda sürtünme katsayısı 0,49 ve aşınma oranı $5,19 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ olarak elde edilmiştir. TiVN filmler ile kıyaslandığında daha yüksek sertlik ve daha iyi adezyona sahip TiNbN filmler, daha düşük sürtünme katsayısı (0,34) ve daha düşük aşınma oranı ($9,24 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$) ile Inconel 600 taban malzemenin tribolojik özelliklerini önemli ölçüde iyileştirmiştir.

Teşekkür

Çalışmamdaki desteği ve yardımları için Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Prof. Dr. İhsan Efeoğlu'na teşekkür ederim.



Şekil 6. Inconel 600 taban malzeme, TiVN ve TiNbN filmler için aşınma testi sonucu oluşan izlerin SEM ve optik mikroskop görüntüleri

5. Kaynaklar

Archard, J.F., 1953. Contact and Rubbing of Flat Surfaces. *Journal of Applied Physics*, 24, (8), 981-988.

Baker, M.A., Kench, P.J., Joseph, M.C., Tsotsos, C., Leyland, A., A., M., 2003. The nanostructure and mechanical properties of PVD CrCu (N) coatings. *Surface and Coatings Technology*, 162, (2-3), 222-227.

Bunshah, R.F., 2001. *Handbook of Hard Coatings: Deposition Technologies, Properties and Applications USA*, 560, William Andrew. USA.

Chou, W.J., Yu, G.P., Huang, J.H., 2001. Deposition of TiN thin films on Si(100) by HCD ion plating. *Surface and Coatings Technology*, 140, 206-214.

Ehiasarian, A.P., Hovsepian, P.E., Hultman, L., Helmersson, U., 2004. Comparison of microstructure and mechanical properties of chromium nitride-based coatings deposited by high power impulse magnetron sputtering and by the combined steered cathodic arc/unbalanced magnetron technique. *Thin Solid Films*, 457, (2), 270-277.

Gonczy, S.T., Randall, N., 2005. An ASTM Standard for Quantitative Scratch

- Adhesion Testing of Thin, Hard Ceramic Coatings. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2, (5), 422-428.
- Hedenquist, P., Olsson, M., Jacobson, S., Soderberg, S., 1990. Failure mode analysis of TiN-coated high speed steel: In situ scratch adhesion testing in the scanning electron microscope. *Surface and Coatings Technology*, 41, (1), 31-49.
- Holmberg, K., Matthews, A., 1994. *Coatings Tribology: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering*. Amsterdam, 576, Elsevier Science. Amsterdam.
- Lin, Y.-W., Huang, J.-H., Yu, G.-P., 2010. Effect of nitrogen flow rate on properties of nanostructured TiZrN thin films produced by radio frequency magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, 518, (24), 7308-7311.
- Makuch, N., Kulka, M., 2014. Microstructural characterization and some mechanical properties of gas-borided Inconel 600-alloy. *Applied Surface Science*, 314, 1007-1018.
- Martinez, G., Shutthanandan, V., Thevuthasan, S., Chessa, J.F., Ramana, C.V., 2014. Effect of thickness on the structure, composition and properties of titanium nitride nano-coatings. *Ceramics International*, 40, (4), 5757-5764.
- McPhee, M.A., 1995. Studies of the design and selection of coating systems for the optimised performance of HSS Drills. PhD University of South Australia.
- Mindivan, F., Mindivan, H., 2013. Comparisons of Wear Performance of Hardened Inconel 600 by Different Nitriding Processes. *Procedia Engineering*, 68, 730-735.
- Mittal, K.L., 1976. Adhesion Measurement Of Thin Films. *Electrocomponent Science and Technology*, 3, 21-42.
- Miyamura, A., Yamaguchi, M., Hattori, K., Sato, Y., Nakamura, S., Shigesato, Y., 2007. Ti-Al-Si-N films for superhard coatings deposited by reactive cosputtering using Ti, Al, and Si targets. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 25, (4), 1103-1107.
- Montero-Ocampo, C., Ramírez-Ceja, E.A., Hidalgo-Badillo, J.A., 2015. Effect of codeposition parameters on the hardness and adhesion of TiVN coatings. *Ceramics International*, 41, (9), 11013-11023.
- Oh, U.C., Je, J.H., 1993. Effects of strain energy on the preferred orientation of TiN thin films. *Journal of Applied Physics*, 74, (3), 1692-1696.
- Öztürk, A., Ezirmik, K.V., Kazmanlı, K., Ürgen, M., Eryılmaz, O.L., Erdemir, A., 2008. Comparative tribological behaviors of TiN, CrN and MoNCu nanocomposite coatings. *Tribology International*, 41, (1), 49-59.
- Pan, W.L., Yu, G.P., Huang, J.H., 1998. Mechanical properties of ion-plated TiN films on AISI D2 steel. *Surface and Coatings Technology*, 110, 111-119.
- Petch, N.J., 1953. The cleavage strength of polycrystals. *J. Iron Steel Inst.*, 173.
- Petrov, I., Losbichler, P., Bergstrom, D., Greene, J.E., Münz, W.D., Hurkmans, T., Trinh, T., 1997. Ion-assisted growth of $Ti_{1-x}Al_xN/Ti_{1-y}Nb_yN$ multilayers by combined cathodic-arc/magnetron-sputter deposition. *Thin Solid Films*, 302, 179-192.
- Pogrebnyak, A.D., Bagdasaryan, A.A., Beresnev, V.M., Nyemchenko, U.S., Ivashchenko, V.I., Kravchenko, Y.O.,

- Shaimardanov, Z.K., Plotnikov, S.V., Maksakova, O., 2017. The effects of Cr and Si additions and deposition conditions on the structure and properties of the (Zr-Ti-Nb)N coatings. *Ceramics International*, 43, (1), 771-782.
- Renevier, R.M., Lobiondo, N., Fox, V.C., Teer, D.G., Hampshire, J., 2000. Performance of MoS₂/metal composite coatings used for dry machining and other industrial applications. *Surface and Coatings Technology*, 123, (1), 84-91.
- Rickerby, D.S., Matthews, A., 1991. *Advanced Surface Coatings A Handbook Of Surface Engineering*. Glasgow and London, England, 368, Blackie & Son Limited. Glasgow and London, England.
- Söderberg, H., Odén, M., Molina-Aldareguia, J.M., Hultman, L., 2005. Nanostructure formation during deposition of TiN/SiNx nanomultilayer films by reactive dual magnetron sputtering. *Journal of Applied Physics*, 97, (11), 114327.
- Sundgren, J.E., 1985. Structure and properties of TiN coatings. *Thin Solid Films*, 128, (1-2), 21-44.
- Teer, D.G., 1996. Magnetron sputter ion plating *Journal*, US5556519 A.
- Tsai, D.-C., Huang, Y.-L., Lin, S.-R., Liang, S.-C., Shieu, F.-S., 2010. Effect of nitrogen flow ratios on the structure and mechanical properties of (TiVCrZrY)N coatings prepared by reactive magnetron sputtering. *Applied Surface Science*, 257, (4), 1361-1367.
- Wang, D.Y., Chang, C.L., Ho, W.Y., 1999. Microstructure analysis of MoS₂ deposited on diamond-like carbon films for wear improvement *Surface and Coatings Technology*, 111, (2-3), 123 - 127.
- Wu, W.-Y., Su, A., Liu, Y., Yeh, C.-M., Chen, W.-C., Chang, C.-L., 2016. Effect of DC input power and nitrogen ratio on the deposition of Ti_{1-x}Al_xN thin films using high power impulse magnetron sputtering technique. *Surface and Coatings Technology*, 303, 48-53.