

RF MAGNETRON SAÇTIRMA TEKNİĞİ İLE AISI 440C ÇELİK ALTTAŞLAR ÜZERİNE MoS_2 İNCE FİLM KAPLAMA UYGULAMASI

Mehmet POYRAZ^{1*}, Recai Fatih TUNAY²

¹ Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Muğla, Türkiye

² Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Isparta, Türkiye

Anahtar Kelimeler

RF Magnetron Saçtırma
MoS₂ İnce Film Kaplama
AISI 440C Alttaş

Özet

Tribolojik çalışmalar; malzemelerde, sürtünme ve aşınma kaynaklı kayıpların azaltılmasını içeren deneyleri kapsamaktadır. Bu deneylerle malzeme kayıplarının azaltılması amaçlanmaktadır. Bu çalışmada; sürtünme özellikleri gelişmiş, aşınma direnci yüksek, maliyeti ucuz, kullanım ömrü uzun AISI 440C malzeme elde etmek amaçlanmıştır. Malzeme kayıplarının azaltılmasıyla ulusal ekonomiye katkıda bulunulması hedeflenmektedir. Rulman bilyaları, petrol pompaları, valfler, yaylar, kesiciler, kam, makas, cerrahi ve dişçilik aletlerinde AISI 440C martensitik paslanmaz çelik kullanılmaktadır. Çalışmada, Radyo Frekans Magnetron Saçtırma tekniği kullanılarak, MoS_2 ince film kaplama malzemesi AISI 440C alttaş üzerine kaplanmıştır. Katı yağlayıcı MoS_2 ; kayma sırasında düşük sürtünme sergilediği ve sıvı yağlayıcılara göre avantajlı olduğu için tercih edilmiştir. Taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile numunelerin topografyası gözlemlenmiştir. Kompozisyon ve yapısı enerji dağılım spektroskopisi (EDS) ile analiz edilmiştir. Test numunesi yüzeyine dik kesitten alınan taramalı mikroskop görüntüleriyle; kaplama kalınlıkları belirlenmiştir. Seçilen kaplama parametreleri neticesinde, MoS_2 kaplama kalınlığının (1.33 μm) olduğu ölçülmüştür.

MOS₂ THIN FILM COAT APPLICATION ON AISI 440C STEEL SUBSTRATES BY RF MAGNETRON SPUTTERING TECHNIQUE

Keywords

RF Magnetron Sputtering
MoS₂ Thin Film Coating
AISI 440C Substrate

Abstract

Tribological studies; Including experiments involving the reduction of friction and wear-induced losses, it aims at reducing the material losses. In this study; improved friction properties, high abrasion resistance, low cost, is intended to obtain a long life material AISI 440C. With the reduction of material losses is aimed to contribute to the national economy. Bearing balls, oil pumps, valves, springs, circuit breakers, cam, scissors, surgical and dental instruments in AISI 440C martensitic stainless steel is used. In this study, using Radio Frequency Magnetron Sputtering technique, MoS_2 coating material is coated as a thin film on the substrate AISI 440C. Solid lubricant MoS_2 ; which exhibits low friction during sliding and is preferred because it has advantages over the liquid lubricant. The topography of the samples was observed by scanning electron microscope. The composition and structure were analyzed by Energy Dispersive Spectroscopy. With scanning microscopy images taken from the cross section perpendicular to the test specimen surface; coating thickness was determined. As a result of coating parameters selected are MoS_2 coating thickness of (1.33 μm) was measured to be.

1. Giriş

Makine elemanlarında sürtünmeyi ve aşınmayı azaltmanın iki yolu vardır. Bunlardan birincisi

birbirleriyle izafi hareket yapan katı yüzeyler arasında bir akışkan göndererek yağlama yapmaktır. Diğeri ise bir katı (MoS_2 , grafit ve PTFE) ile yağlama yapmaktır.

* ilgili yazar: mpoyraz@mu.edu.tr, +90-252-211-1129

Bu, eleman ya da yüzeylerin kaplama gibi uygun bir yüzey işlemi ile iyileştirilmesi sonucunda olur.

Yağlayıcılar katı, sıvı veya gaz olabilirler. Yağlayıcı ile etkileşimde bulunduğu yüzey arasındaki fiziksel ve kimyasal etkileşimler, sürtünme ve aşınma, adezyon mekanizması ve yüzey pürüzlülüğünün rolü optimum performans ve güvenilirlik için iyi anlaşılmalıdır. Sıvı yağlayıcıların düşük basınçlarda, radyasyonda, oksitleyici ve korozif ortamlarda, yüksek hız ve yüklemelerde bozduğu görülmüştür. Özellikle (300-400°C'nin) üzerindeki sıcaklıklarda yağlayıcılık özelliklerini kaybetmektedirler. Ayrıca sıvı yağlayıcıların buharlaşma ve kirlilik oluşturma özelliği, yüksek sıcaklıkta çözünme yada oksidasyonla karşı karşıya kalırken, kroyenik sıcaklıklarda da çok viskoz ve etkisiz olma özellikleri yüzünden, bozunmaya uğramayan, daha ucuz, daha hafif, yağlama işlemleri daha basit, daha uzun ömürlü ve bahsedilen kritik şartlara dayanabilen katı yağlayıcılara ihtiyaç duyulmuştur (Bhushan ve Gupta 1991).

Bu çalışmada yüzey modifikasyon tekniklerinden RF magnetron sputtering kaplama işlemi, yağlayıcı olarak MoS₂ katı yağlayıcı seçilmiştir. Yağlayıcı, taban malzeme yüzeyine kaplama işlemi ile büyütülmüştür. MoS₂ filmler AISI 440C çelik malzemenin tribolojik ve mekanik özelliklerini iyileştirmek için alt taş üzerine ince film olarak biriktirilmiştir. Elde edilen filmlerden beklenen özellikler; düşük sürtünme ve aşınma oranları, yüksek mukavemet ve yüksek aşınma ömrüdür.

Çalışmanın içeriği aşağıdaki başlıklar altında sunulmuştur. İkinci bölümde bilimsel yazın taraması bulunmaktadır. Üçüncü bölümde ince film kaplamaların yapılmasında hangi materyallerin kullanılacağı, hangi cihazda ne sıra ile analizlerin yapılacağı belirtilmiştir. Dördüncü bölümde ise kullanılan cihazlar doğrultusunda elde edilen araştırma bulguları elektron mikroskopi sonuçlarıyla verilmektedir. Son bölüm sonuç ve tartışma kısmında ise yapılmış olan ince film kaplama çalışmasının, devam niteliğindeki çalışmalara nasıl bir katkı sağlayacağı, bu çalışmadan çıkarılan sonuçlar verilmektedir.

2. Bilimsel Yazın Taraması

Miyoshi (2000), çalışmasında manyetik sıçratma yöntemiyle AISI 440C çeliği üzerine kaplanan MoS₂ için, sürtünme katsayılarının vakum ortamında (0.070), hava ortamında (0.1) ve azot ortamında (0.015) değerlerine sahip olduğunu hesaplamıştır.

Bülbül (2002), tez çalışmasında; D2, 440C ve 52100 çelik taban malzemelerini, kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma ile darbeleri-DC güç kaynağı kullanarak, (MoS₂-Ti) filmler ile kaplamıştır. Filmlerin

yapısal, tribolojik ve mekanik özellikleri (X-ışını) kırınım ölçer, optik ve taramalı elektron mikroskop, enerji dağılım spektrometresi, pin-on-disc aşınma cihazı ve mikro sertlik cihazı kullanılarak araştırılmıştır. (MoS₂-Ti) kompozit filmlerle, literatürde belirtilen saf MoS₂ filmlerden çok daha iyi tribolojik özellikler ve düşük sürtünme katsayıları elde edilmiştir. Düşük (Ti) içeriği ve taban malzeme yüzeyine paralel (002) tercihli yönelmesi yüksek olan filmlerde çok yüksek aşınma ömürleri elde edilmiştir.

Arslan (2003), tez çalışmasında, MoS₂ yağlayıcı filmin tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla; (MoS₂-Ti) katı yağlayıcı filmleri, AISI D2, M2, 52100, 304, 440C çelikleri ve silisyum levha üzerine kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçratma tekniği ile kaplamıştır. Filmin yapısal-mekanik ve tribolojik özelliklerini etkileyen kaplama parametreleri belirlenmiştir. (MoS₂-Ti) filmlerin yapısal özelliklerine XRD, SEM-EPMA ile, atmosfer ve kuru azot ortamındaki tribolojik özelliklerine pin-on-disc aşınma testi ile ve mekanik özelliklerine ise Vickers mikro sertlik cihazı ile ulaşılmıştır. Yapısal değişimler (Ti) miktarı ve kaplama parametrelerinin farklı seviyeleri ile ilişkilendirilmiştir. (Ti) miktarındaki artış ile sürtünme katsayısının kısmen arttığı, buna karşılık aşınma oranının azaldığı tespit edilmiştir. (Ti) miktarına bağlı olarak MoS₂ katı yağlayıcı filmlerin neme karşı hassasiyetinin azaldığı, kuru azot ortamında ise film dayanımının arttığı belirlenmiştir.

Arslan vd. (2005), (MoS₂-Ti) filmleri, kapalı alan dengesiz magnetron sıçratma tekniği ile farklı hedef akımları ve çalışma basınçları kullanarak silikon wafers ve AISI 440C çelik alt taşlar üzerine kaplamışlardır. (MoS₂-Ti) filmlerin kompozisyonu, enerji dağılım spektroskopisi (EDS) ile belirlenmiştir. Üretilen (MoS₂-Ti) kompozit filmlerin kristalografik özellikleri X-ışını difraktometresi (XRD) ile incelenmiştir ve sürtünme, aşınma özelliklerine pin-on-disc tribometre vasıtasıyla ulaşılmıştır. Kaplama parametreleri ve (Ti) içeriğinin kristalografik oryantasyon, sürtünme katsayısı, aşınma oranına etkisi incelenmiştir. MoS₂ hedef akımının artışıyla kaplamadaki sülfür ve molibden içeriği artmıştır. Sülfür atomlarının molibden atomlarına stoikiometri oranları (N_S/N_{Mo}), çalışma basıncının artmasıyla artmıştır. Çalışma basıncı ve (Ti) içeriğine bağlı olarak (002) düzlem yoğunluğu değişmiştir. (0,26 Pa) ve (0,33 Pa) çalışma basıncında tribolojik uygulamalar için tercih edilen bu düzlem alt tabakaya paralel olarak iyi hizalanmıştır. (0,26 Pa) basınçta biriktirilen filmde (100) düzlemi ve MoO_x yansıması belirgindir. Çalışma basıncının artmasıyla (100) düzleminin yansıma oryantasyonu azalmıştır. (002) yansımali ve düşük (Ti) içerikli filmde düşük sürtünme ve aşınma oranı elde edilmiştir. Yüksek (Ti) içeriğiyle nispeten amorf film başlangıçta düşük sürtünme göstermiştir, fakat test süresi bitmeden başarısız olmuştur.

Ye vd. (2009), kuru sürtünme şartları altındaki MoS₂ bağlanmış katı film yağlayıcıların yük-taşıma kapasitesi ve aşınma mekanizmalarını araştırmak için, muadil çelik top sürtmesi ile sürtünme ve aşınma performanslarını araştırmışlardır. Alt tabaka olarak AISI 1045 çeliği kullanılmıştır. MoS₂ yağlayıcıların muadil malzemeleri olarak GCr15 taşıyıcı çelik top kullanılmıştır. Yağlayıcı partiküller ve reçine sistemi içeren bir boya, AISI 1045 çelik disk numune yüzeylerine bir tabanca kullanılarak püskürtülmüştür. İnce bir film tabakası elde edilmiş ve sırasıyla sertleştirilmiştir. Sertleştirilen filmlerin kalınlığı Micro (XAM-3D) yüzey profiller ile ölçülmüştür. MoS₂ bağlanmış katı yağlayıcı filmin yük taşıma kapasitesini ve tribolojik davranışını değerlendirmek için bir optimol SRV salınımlı sürtünme ve aşınma test edici kullanılmıştır. Deneysel sonuçlara göre; MoS₂ bağlanmış katı film yağlayıcılar mükemmel bir anti-sürtünme ve (20N ila 800 N) gibi geniş bir yük aralığında, (5Hz ve 30Hz) gibi geniş bir salınım frekans aralığında aşınma direnci performansı göstermişlerdir. Muadil çelik topun yüzeyinde oluşan transfer filmlerinin analizlerinin SEM, XPS ve AES ile araştırılmasından, oluşan transfer filminin kalınlığının yaklaşık (38 nm) olduğu ve kuru sürtünme işlemi sırasında MoS₂ oksidasyonu oluşmadığı bulunmuştur. Yüksek yük ve frekans, yoğun transfer filmlerinin oluşmasını desteklemektedir. Bu yoğun transfer filmleri; MoS₂ bağlanmış katı yağlayıcı filmlerin yüksek yük taşıma kapasitesini artıran ve mükemmel aşınma dayanımı performansları vermesine sebebiyet veren baskın mekanizmanın olduğu düşünülmektedir.

Colas vd. (2013), uzay tribolojisinin sadece vakumda değil, aynı zamanda hava ve kuru azot ortamlarında da yağlamayı ihtiva ettiğini belirtmişlerdir. Kuru yağlama ortamının etkisini ortaya çıkarmak için (yüksek ve orta vakumlu, kuru N₂ ve %50 nemli ortamlarda) antagonistik davranışlı MoS₂ bazlı (MoS₂ ve MoS₂+Ti kaplamaları) incelemiştir. Bu çalışmada (1 µm) kalınlıklı kolonlu yapıdaki MoS₂, RF PVD ile kaplanmıştır. Bu kolonlu yapının kolayca kırılmasının, istenmeyen aşınma döküntüsünün kaynağı olduğu söylenmektedir. Fakat son bir çalışmada bu yapının düşük sürtünmeye ve uzun ömüre yararlı olabileceği gösterilmiştir. MoS₂'e (Ti) atomlarının eklenmesiyle MoS₂ bazal düzlemleri arasında (MoS₂+Ti) oluşur ve (DC CFUBMSIP-Direct Current Closed Field Unbalanced Magnetron Sputter Ion Plating) ile biriktirilmiştir. Pin ve plaka numuneler AISI 440C malzemeli olup, sertliği 58 HRC'dir. Deneylemlerden sonra her iki örnekler taramalı elektron mikroskopu (SEM) ve enerji dağılımlı X-ışını analizleri (EDX) ile analiz edilmiştir. Genel kanının aksine kuru azot ortamı nötr değildir. Daha genel olarak kontaminasyonlar ve yüzey kompleksleri düşük sürtünmeye, düşük aşınmaya yardımcı olmaktadır.

Gao vd. (2015), çalışmalarında Radyo frekans püskürtülen MoS₂ filmleri Çin Shenzhou-7 insanlı uzay

gemisinde, gerçek dünya yörüngesinde (43,5 saat) süreye maruz bırakılmışlardır. Bu süreye maruz kalan filmlerin kompozisyon, morfoloji, faz yapısı ve sürtünme özellikleri X-ışını foto elektron spektroskopisi (XPS), X-ışını difraksiyonu (XRD), alan emisyon taraması elektron mikroskopu (FESEM), X-ışını enerji-dağılım spektroskopisi (EDS) ve top-on-disc tribometre kullanılarak incelenmiştir. Çalışmada AISI 440C çelik parçalar alt taş olarak kullanılmıştır. (MoS_xO_y) faz yapısı tarafından karakterize edilen MoS₂ filmlerin XRD ve EDS sonuçları, (x ve y değerlerinin) sırasıyla (~0,65 ve 1,24) olarak belirlendiğini ortaya koymuştur. XPS analizleri atomik oksijen atağına bağlı olarak, (S) partikülü kayboluyorken film yüzeyinin yüksek oksijen konsantrasyonu ile (MoO₃) ve (MoS_xO_y)'ye oksidize olduğunu göstermiştir. Ancak oksidasyon tabakasının koruyucu özelliği nedeni ile etkilenen derinlik, yüzey tabakası ile sınırlı kalmıştır. Bunun bir sonucu olarak, sürtünme katsayısı sadece kayma sürtünmesinin başlangıç aşamasında hafif bir artış göstermiştir.

Colas vd. (2015), RF PVD ile (1 µm) MoS₂'ü AISI 440C alt taşlar üzerine kaplamışlardır. Deneylemler bir UHV tam donanımlı karşılıklı çevresel pin-on tabaka tribometerda gerçekleştirilmiştir. Pin ve plaka örnekler AISI 440C'den yapılmıştır. Sadece plaka kaplanarak sürtünme kuvvetleri piezoelektrik kuvvet sensörleriyle ölçülmüştür. Sürtünme testlerinden sonra örnekler (ToF-SIMS) ve ikincil elektron mikroskop (SEM), (EDX) analizleri uygulanmıştır. MoS₂, vakum uygulamaları için iyi bilinen bir yağlayıcıdır. Ancak endüstriyel uygulamalarda, düşük sürtünme ve aşınma ömrüne ulaşmada, kontaminasyonun rolü belirsizliğini korumaktadır. Bu çalışmada temas ve (3. hacim) boyunca malzemenin kimyasal element bileşimi ve iç kaplama kirlilikleri homojenleştirme göstermiştir. Sürtünme altında moleküler düzeyde kimyasal yeniden düzenleme meydana geldiğini doğrulamak ve bu homojenizasyonu incelemek için (Time-of-Flight) ikinci kütle iyon spektroskopisi analizleri gerçekleştirilmiştir. MoS₂'ün sürtünmede kaplama iç kontaminasyonunun yararlı etkisinin önceki yapılan çalışmalarla paralel olduğu teyit edilmiştir.

3. Materyal ve Yöntem

Çalışmanın deneysel kısmında AISI 440C martenitik paslanmaz çelik deney numunelerine ince film kaplamalar yapılmıştır. Alt taş olarak kullanılan AISI 440C malzemeye fiziksel RF magnetron sputtering yöntemlerinden RF saçtırma biriktirme ile MoS₂ kaplama, belirli bir RF saçtırma gücünde ve alt taş biriktirme sıcaklığında uygulanmıştır.

İnce film kaplama kalınlıklarının gözlemlenebilmesi için, kaplamalardan sonra SEM (Taramalı Elektron Mikroskopu) kullanılmış, kimyasal kompozisyonların analiz edilebilmesi için de EDS

(Enerji Dağılım Spektroskopisi) uygulanmıştır. Bileşim, morfoloji ve yapı; EDS ve SEM cihazları ile analiz edilmiştir. Burada yapılmış olan çalışma ayrıntılı olarak aşağıdaki sıra ile yapılmıştır.

3.1. Alt Taşların ve Saçtırma Hedeflerinin Temini

İnce film kaplamalar yapabilmek için AISI 440C çelik alt taşlar, Belarek Vasıflı Metaller Sanayi ve Ticaret Limited Şirketin'den çubuklar halinde tedarik edilmiştir. Firmadan (30 mm çaplı), (300 mm) uzunluklu tedarik edilen numuneler, ince film kaplamada kaplama cihazının numune tutucusuna yerleştirilebilmesi için; (2'şer mm) et kalınlıklı disk olacak şekilde, torna tezgahında hassas kestirilmiştir. Böylece ince kaplamalar için kullanılacak olan alt taşlar temin edilmiştir.



Şekil 1. (2mm et kalınlıklı) AISI 440C Alt Taş

İnce film kaplamalarda RF magnetron saçtırma biriktirmede kullanılacak olan (MoS₂) sıçratma hedefleri, Sağlık Medikal ve Kimya Tıbbi Araç Gereçleri Laboratuar Cihazları ve Kimyasalları-Eskişehir firmasından (50,8 mm çap x 3,18 mm kalınlıklı olacak şekilde) tedarik edilmiştir.



Şekil 2. MoS₂ Sıçratma Hedefi

3.2. Alt Taş Yüzeylerinin Zımparalanması

Elde edilen alt taşların yüzeyleri (500, 800, 1200, 4000 meshlik SiC zımpara kağıtlarından geçirilerek) zımparalanmıştır.



Şekil 3. Zımparalama ve Parlatma Cihazı (Muğla Üniversitesi)

3.3. Fiziksel RF Magnetron Sputtering Kaplama İşlemlerinin Yapılması

Midas PVD-MT/1M4T Multi-technique Thin Film System (İnce Film Kaplama Cihazı) kullanılarak AISI 440C numunelere fiziksel RF magnetron sputtering yöntemlerinden RF saçtırma biriktirme ile ince film kaplamalar yapılmıştır.



Şekil 4. Midas PVD-MT/1M4T Multi-Technique Thin Film System (Muğla Üniversitesi)

AISI 440C çelik alt taşlara yüzey zımparalama işleminden sonra, film kaplamadan önce gerekli ön temizleme (alkol içinde ultrasonik temizleme ve kurutma) işlemleri uygulanmıştır. Bunun ardından AISI 440C çelik alt taş üzerine, daha önceki literatür çalışmaları ışığında MoS₂ kaplanması için; (RF sıçratma gücü=250 Watt, alt taş biriktirme sıcaklığı=350 °C, kaplama süresi=25 dk) kaplama parametreleri seçilerek, fiziksel RF magnetron sputtering kaplama işlemi uygulanmıştır.

3.3.1. Alt taş, sıçratma hedefinin film kaplama cihazına yerleştirilmesi

RF Magnetron sıçratma yapabilmek için MoS₂ sıçratma hedefi hedef kelepçesine, AISI 440C alt taşlar taşıyıcı plakaya yerleştirilmiştir (Şekil 5.).



Şekil 5. İnce Film Kaplama Cihazı Vakum Odası İç Görünüşü

3.3.2. İnce film kaplama cihazının ara yüzü kullanılarak, RF kaplamanın yapılması ve kaplama prosedürünün başlatılması

İnce film kaplama yapılacak olan AISI 440C martensitik paslanmaz çelik alt taşlar ve MoS₂ sıçratma hedefi sırasıyla cihazın alt taş tutucusuna ve hedef kelepçesine yerleştirilmiştir. Vakum odası kapısı kapatılarak, cihazın ara yüzü kullanılmak suretiyle, iç oda sırasıyla mekanik ve turbo pompaların da devreye girmesiyle vakum altına alınmaya başlanmış ve kaplama prosedürü başlatılmıştır.



Şekil 7. İnce Film Kaplama Cihazı RF Kaplama Sekmesi

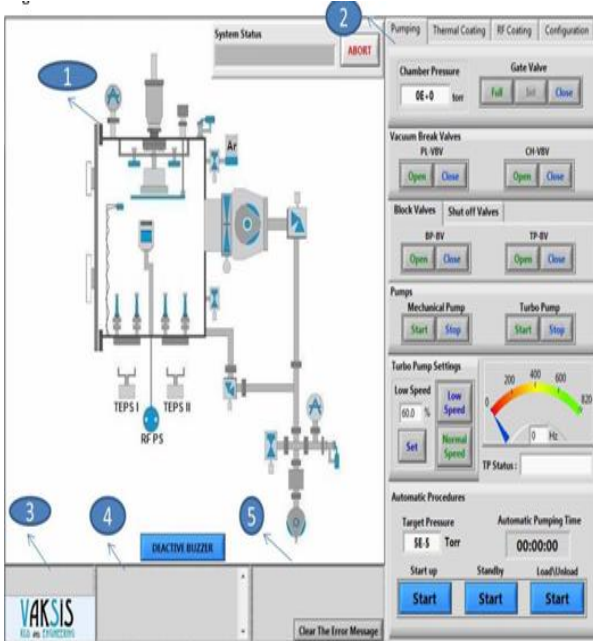
Kaplama çalışmasında; (alt taş ön ısıtma=350 °C, ön ısıtma süresi=10 dk süre ile), (sıçratma sırasında ısıtma=350 °C, sıçratma kaplama süresi=25 dakika süre), (kontakt gücü=50 Watt), (hedef temizleme 50 Watt, hedef temizleme süresi=25 saniye süre ile), (Kaplama RF sıçratma gücü=250 Watt), (Argon akış hızı=50 sccm) uygulanarak ince film kaplama elde edilmiştir.

3.4. Kaplanmamış ve İnce Film Kaplanmış Numunelerin Elektron Mikroskopi Görüntülerinin Alınması

Kaplamalar öncesi ve sonrasında numunelerinin topografyası taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak farklı büyütme için gözlemlenmiştir. Kompozisyon ve yapısı enerji dağılım spektroskopisi (EDS) ile analiz edilmiştir. Test numunesinin yüzeyine dik olarak kesitinden alınan SEM görüntüleriyle seçilen kaplama parametrelerine göre ince film kaplama kalınlıkları belirlenmiştir.



Şekil 8. JEOL JSM 7600-F Taramalı Elektron Mikroskobu (Muğla Üniversitesi)



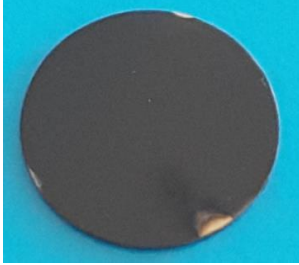
Şekil 6. İnce Film Kaplama Cihazı Grafikselsel Kullanıcı Ara Yüzü (1) Sistemin Aktif Şematik Diyagramını, (2) Süreç Sekmelerini, (3) Açıklama Kutusunu, (4) Süreç Akış Mesajları Kutusunu, (5) Hata İletileri Kutusu

RF magnetron sıçratma için (şekil 7.)'deki RF kaplama sekmesinden sırasıyla; alt taşa ön ısıtma, sıçratma yaparken ısıtma, alt taş döndürme, kontakt gücü, hedef temizleme ve süresi, RF sıçratma gücü, argon akış hızı, kaplama süresi gibi değerler yerlerine girilerek RF kaplama başlatılmıştır.

4. Araştırma Bulguları

4.1. MoS₂ İnce Film Kaplamanın Elde Edilmesi

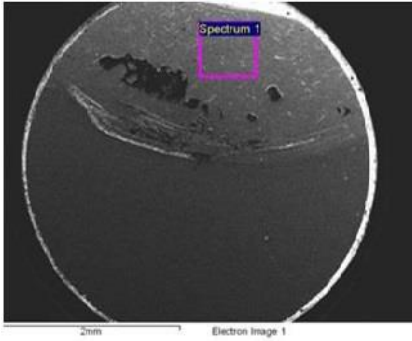
AISI 440C martensitik paslanmaz çelik deney numunesine, ince film kaplama cihazına girilen kaplama parametreleri doğrultusunda, RF magnetron sputtering kaplama tekniği ile MoS₂ ince film biriktirildiğinde (şekil.9)'daki kaplama elde edilmiştir.



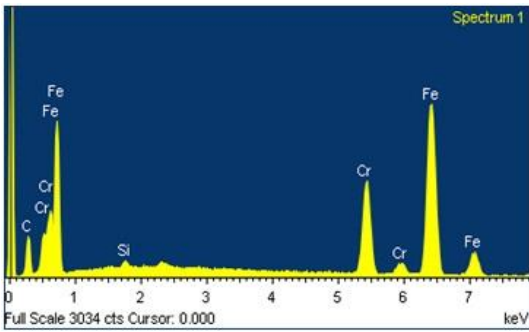
Şekil 9. AISI 440C Alt Taş Üzerine MoS₂ İnce Film Kaplanmış Numune

4.2. Kaplanmamış AISI 440C Yüzeyi İçin SEM Elektron Mikroskobu Görüntülemesi ve EDS Sonuçları

Kaplanmamış AISI 440C deney numunesinin yüzeyi SEM elektron mikroskobunda görüntülenmiş, kompozisyon ve yapısı EDS ile analiz edilmiştir. Elemental analiz sonucunda bileşimler spektrum ve tablo halinde verilmiştir.



Şekil 10. Kaplanmamış AISI 440C Yüzey SEM Görüntüsü



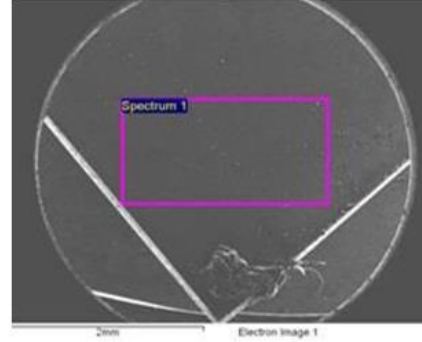
Şekil 11. Kaplanmamış AISI 440C Yüzeyi SEM EDS Spektrumu

Tablo 1. Kaplanmamış AISI 440C Yüzey Spektrumu Elemental Analiz Sonucu

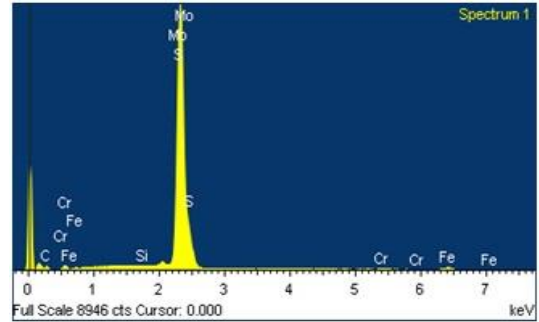
Element	Ağırlık%	Atomik%
C K	11.75	37.74
Si K	0.44	0.60
Cr K	19.95	14.80
Fe K	67.85	46.86
Toplam	100.00	

4.3. MoS₂ İnce Film ile Yüzeyi Kaplanmış AISI 440C İçin SEM Elektron Mikroskobu Görüntülemesi ve EDS Sonuçları

MoS₂ ince film ile kaplanmış AISI 440C deney numunesinin yüzeyi SEM elektron mikroskobunda görüntülenmiş, kompozisyon ve yapısı EDS ile analiz edilmiştir. Elemental analiz sonucunda bileşimler spektrum ve tablo halinde verilmiştir.



Şekil 12. MoS₂ Film Kaplanmış AISI 440C Yüzey SEM Görüntüsü



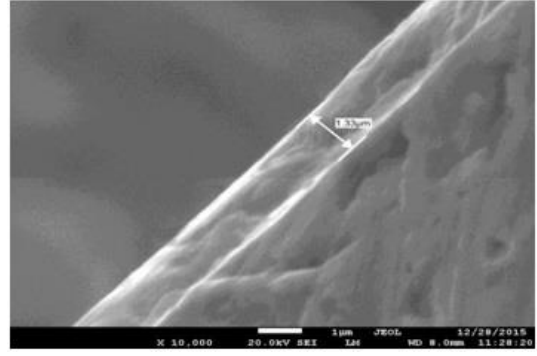
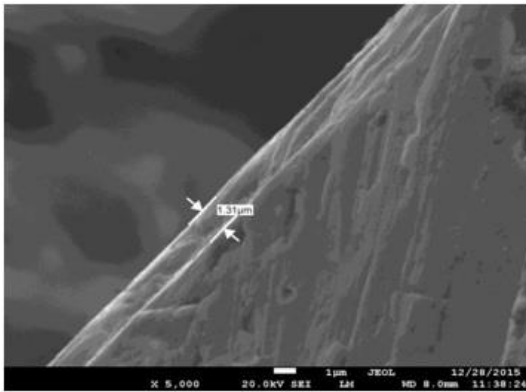
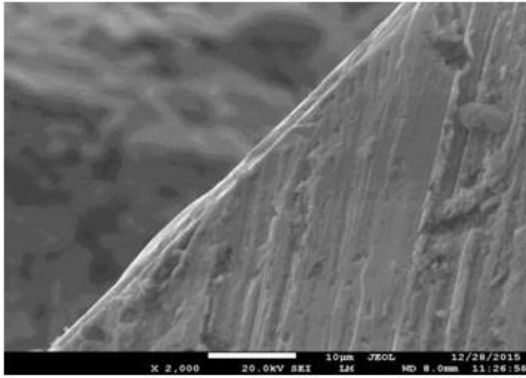
Şekil 13. MoS₂ Film Kaplanmış AISI 440C Yüzeyi SEM EDS Spektrumu

Tablo 2. MoS₂ Film Kaplanmış AISI 440C Yüzey Spektrumu Elemental Analiz Sonucu

Element	Ağırlık%	Atomik%
C K	13.43	41.45
Si K	0.05	0.06
S K	31.18	36.06
Cr K	0.79	0.57
Fe K	2.81	1.86
Mo L	51.75	20.00
Toplam	100.00	

4.4. MoS₂ Kaplama Kalınlıklarının SEM Elektron Mikroskobu İle Farklı Büyütmelerde Görüntülenmesi

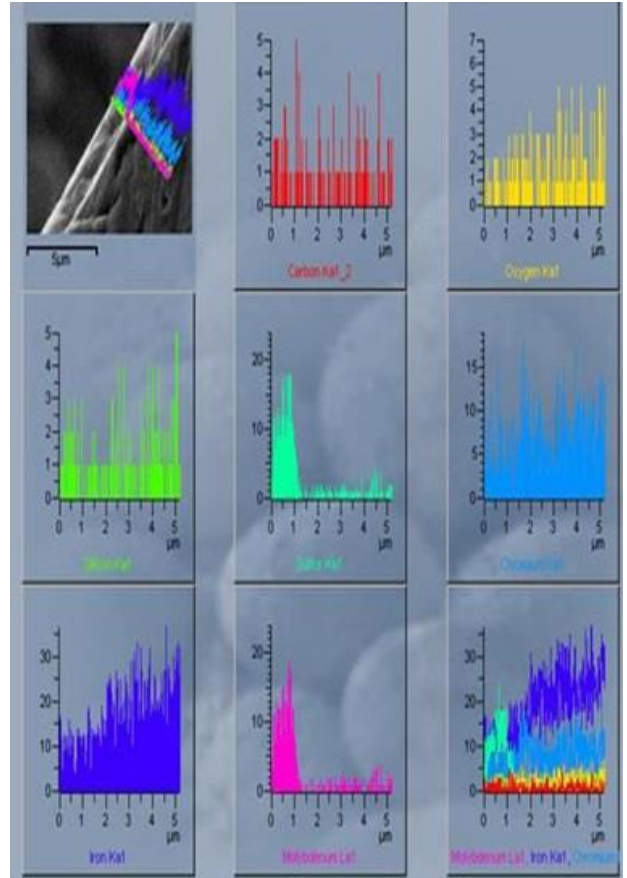
MoS₂ ince film ile yüzeyi kaplanmış AISI 440C çelik numunenin yüzeyine dik kesitten alınan SEM görüntüleriyle kaplama kalınlıkları net olarak görülmektedir.



Şekil 14. AISI 440C Malzeme Yüzeyine Dik Kesitten Alınan (X2.000, X5.000, X10.000) Büyütmelerdeki MoS₂ İnce Film Kaplama Kalınlığının Gösterilmesi

4.5. AISI 440C Malzeme Yüzeyine Dik Kesitten Alınan MoS₂ Kaplama ve AISI 440C Malzeme Kesiti Boyunca Çizgisel EDS Analiz Sonuçları

MoS₂ ince film kaplanmış AISI 440C martensitik paslanmaz çelik numunesinin yüzeyine dik kesitten numunenin kaplama kalınlığını ve ana malzemeyi içine alacak şekilde çizgisel bir hat boyunca (5 µm kalınlık için) elemental analiz uygulanmıştır.



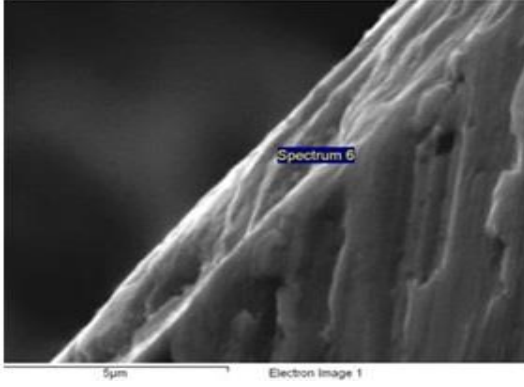
Şekil 15. AISI 440C Malzeme ve MoS₂ Kaplama Kalınlığının Çizgisel EDS Elemental Spektrumları

Tablo 3. AISI 440C Malzeme ve Kaplama Kalınlığının Çizgisel EDS Elemental Analiz Sonucu

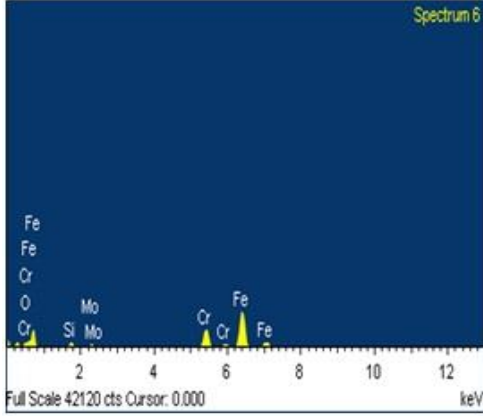
Spektrum	O	Si	S	Cr	Fe	Mo	Toplam
Top. Spekt.	3.60	1.24	2.88	19.19	68.70	4.40	100

4.6. AISI 440C Malzeme Yüzeyine Dik Kesitten Alınan MoS₂ Kaplama ve AISI 440C Malzeme Kesiti Boyunca Noktasal EDS Analiz Sonuçları

MoS₂ ince film kaplanmış AISI 440C martensitik paslanmaz çelik numunesinin yüzeyine dik kesitten numunenin kaplama kalınlığını ve ana malzemeyi içine alacak şekilde değişik bölgelerinden noktasal elemental analiz uygulanmıştır.



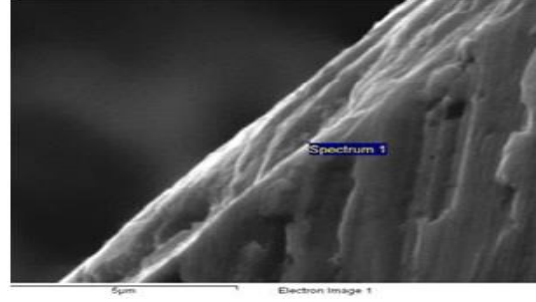
Şekil 16. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan Noktasal (Spektrum-6) SEM Görüntüsü



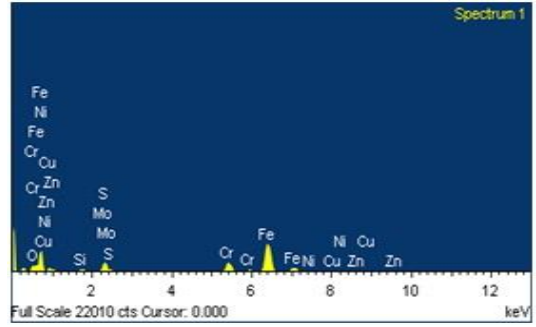
Şekil 17. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan (Spektrum-6) Noktasal Spektrum

Tablo 4. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan (Spekt-6) Noktasal EDS Elemental Analiz Sonucu

Element	Ağırlık%	Atomik%
O K	1.81	5.85
Si K	2.10	3.88
Cr K	21.76	21.69
Fe K	73.26	68.00
Mo L	1.08	0.58
Toplam	100.00	



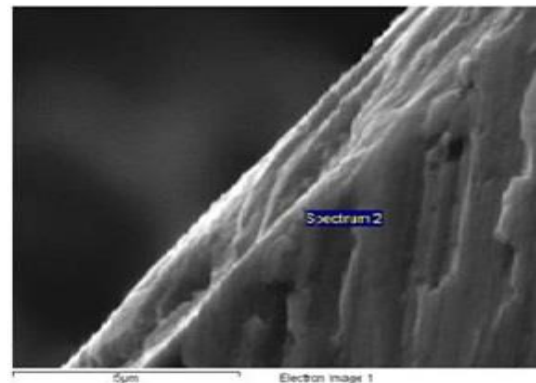
Şekil 18. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan Noktasal (Spektrum-1) SEM Görüntüsü



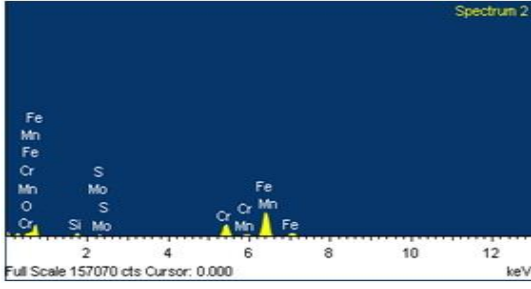
Şekil 19. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan (Spektrum-1) Noktasal Spektrum

Tablo 5. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan (Spekt-1) Noktasal EDS Elemental Analiz Sonucu

Element	Ağırlık%	Atomik%
O K	7.53	21.93
Si K	0.82	1.36
S K	3.55	5.16
Cr K	12.05	10.80
Fe K	64.50	53.83
Ni K	0.56	0.44
Cu K	3.13	2.29
Zn K	1.59	1.13
Mo L	6.28	3.05
Toplam	100.00	



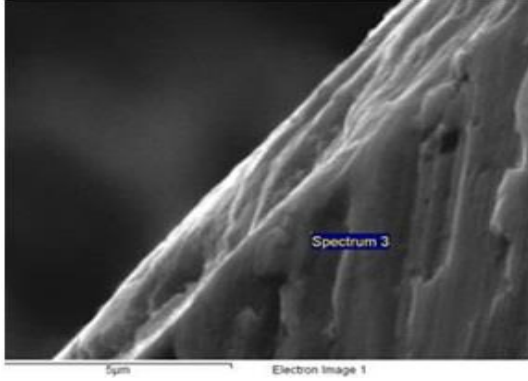
Şekil 20. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan Noktasal (Spektrum-2) SEM Görüntüsü



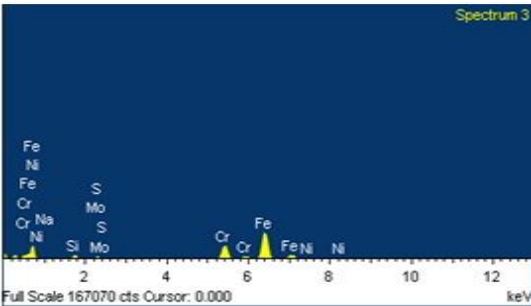
Şekil 21. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan (Spektrum-2) Noktasal Spektrum

Tablo 6. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan (Spekt-2) Noktasal EDS Elemental Analiz Sonucu

Element	Weight%	Atomic%
O K	2.19	7.02
Si K	1.94	3.55
S K	0.10	0.16
Cr K	21.59	21.36
Mn K	0.62	0.58
Fe K	72.49	66.75
Mo L	01.08	0.58
Toplam	100.00	



Şekil 22. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan Noktasal (Spektrum-3) SEM Görüntüsü



Şekil 23. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan (Spektrum-3) Noktasal Spektrum

Tablo 7. MoS₂ Kaplamalı AISI 440C Malzeme Kesitinden Alınan (Spekt-3) Noktasal EDS Elemental Analiz Sonucu

Element	Weight%	Atomic%
Na K	0.42	0.97
Si K	2.06	3.93
S K	0.16	0.28
Cr K	21.95	22.66
Fe K	74.23	71.35
Ni K	0.40	0.36
Mo L	0.79	0.44
Toplam	100.00	

5. Sonuç ve Tartışma

Bu çalışmada AISI 440C martensitik paslanmaz çelik malzemesine, RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak, kendinden yağlamalı katı yağlayıcılardan olan MoS₂ ince filmlerle kaplama yapılmıştır. Kaplamalar neticesinde filmlerden beklenen, sürtünme ve aşınma özellikleri gelişmiş malzeme elde etmektedir.

Kaplanmamış ve ince film kaplanmış AISI 440C malzeme yüzeyinden alınan SEM elektron mikroskobu görüntüleriyle EDS sonuçlarından, malzemenin seçilen kaplama parametreleriyle ince film kaplandığı doğrulanmıştır. Kaplama sonrası yüzey EDS sonuçlarından yapı içerisine ağırlıkça (% 51.75 Mo) girdiği görülmüştür.

İnce film kaplamalardan sonra AISI 440C malzeme yüzeyine dik kesitten alınan SEM elektron mikroskobu farklı büyütmeyle, seçilen kaplama parametreleri için, kaplama kalınlıkları gösterilmiş ve (X10.000 büyütmede) MoS₂ kaplama kalınlığının (1.33 µm) olduğu ölçülmüştür.

MoS₂ ince film kaplamalardan sonra, malzeme yüzeyine dik kesitten, kaplamanın en dış kısmından ana malzemeyi de içine alacak şekilde (5 µm)'lik bir kısım çizgisel EDS analizine tabi tutulmuştur. Bu analiz neticesinde kaplama kısmında (Mo ve S₂)'nin yoğun olarak bulunduğu, ana malzeme içerisine de girdiği spektrumlarla gösterilmiştir.

Kaplamalardan sonra malzeme yüzeyine dik kesitten noktasal olarak alınan EDS sonuçlarıyla da (Mo)'in ana malzeme içerisine girdiği gösterilmiştir. Noktasal olarak (spektrum-1) için ağırlıkça (Mo) oranı (6.28) iken, ana malzeme içerisnde bu oran (spektrum-2)'de (01.08)'e düşmüştür.

Elde edilen bu sonuçlarla; AISI 440C malzemesini MoS₂ ince film kaplamada, alt taş ön ısıtması ve kaplama sırası ısıtması (350 °C), sıçratma kaplama süresi (25 dakika), kaplama RF sıçratma gücü (250

Watt), argon akıř hızı (50 sccm) seçildiđinde, (1.33 µm) MoS₂ ince film kaplama kalınlıđı elde edildiđi görölmüřtür.

İleriki çalıřmalarda kaplanmış malzemenin tribolojik özelliklerinin deđerlendirilebilmesi için, kaplamalı numunelere sürtünme ve aşınma testleri uygulanabilir. Tribolojik özelliklerdeki deđiřimi yorumlayabilmek adına kaplama parametrelerinden alt tař biriktirme sıcaklıđı ve RF sıçırma gücü farklılıklarının etkisi araştırılabilir. Sürtünme ve aşınma özelliklerini iyileřtirebilmek adına ara tabakalı MoS₂ ince film kaplama çalıřmaları yapılarak, tek sıçırma hedefi MoS₂ içerisine farklı hedefler perçinlenerek, MoST olarak bilinen kapalı alan dengesiz manyetik alanda sıçırma yöntemine alternatif sıçırma çalıřmaları yapılabilir. Böylece MoST yönteminde alt tař malzemesini kaplayabilmek için farklı hedefler kullanılması zorunluluđu ortadan kalkarak, hedef akımları, uygulama basınçlarının da ayrı ayrı kontrol edilmesi gerekmeyeceđinden, MoST yönteminin basitleřtirilmesi ve ekonomikliđinin sađlanması yönelik çalıřmalar yapılabilir.

Teřekkür

Bu çalıřma sırasında, film kaplama işlemlerinde Laboratuvarlarını kullandığımız Muđla Sıtkı Koçman Üniversitesi Malzeme Arařtırma Laboratuvarı'na teřekkürlerimizi sunarız.

Conflict of Interest / Çıkar Çatıřması

Yazarlar tarafından herhangi bir çıkar çatıřması beyan edilmemiřtir.
No conflict of interest was declared by the authors.

Kaynaklar

- Arslan, E., 2003. MoS₂-Ti Kompozit İnce Filmlerin Farklı Çelik Türleri Üzerine PVD ile Kaplanması. Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 153s, Ankara.
- Arslan, E., Bülbül, F., Alsaran, A., Celik, A., Efeođlu, I., 2005. The Effect of Deposition Parameters on Structural and Wear Properties of MoS₂ - Ti Coatings. *Wear*, 259(7-12), 814-819.
- Bhushan, B., Gupta, B.K., 1991. *Handbook of Tribology: Materials, Coatings and Surface Treatments*.
- Bülbül, F., 2002. Darbeli DC güç kaynađı kullanılarak CFUBMSIP ile Büyütölmüş MoS₂-Ti Kompozit Filmlerin Yapısal Tribolojik ve Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu. Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 111s, Erzurum.

Colas, G., Saulot, A., Bouscharain, N., Godeau, C., Michel, Y., Berthier, Y., 2013. How Far Does Contamination Help Dry Lubrication Efficiency. *Tribology International*, 65, 177-189.

Colas, G., Saulot, A., Philippon, D., Berthier, Y., Leonard, D., 2015. Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectroscopy Investigation of the Chemical Rearrangement Undergone by MoS₂ Under Tribological Conditions. *Thin Solid Films*, 588, 67-77.

Gao, X., Hu, M., Sun, J., Fu, Y., Yang, J., Liu, W., Weng, L., 2015. Changes in the Composition, Structure and Friction Property of Sputtered MoS₂ Films by LEO Environment Exposure. *Applied Surface Science*, 330, 30-38.

Miyoshi, K., 2000. *Solid Lubrication Fundamentals and Applications*. Nasa/TM-2000107249.

Ye, Y., Chen, J., Zhou, H., 2009. An Investigation of Friction and Wear Performances of Bonded Molybdenum Disulfide Solid Film Lubricants in Fretting Conditions. *Wear*, 266, 859 - 864.