

HAVACILIK ve UZAY UYGULAMALARI İÇİN KENDİNDEN YAĞLAYICI KATI İNCE FİLM KAPLAMALAR: TİPİK ARAŞTIRMA SONUÇLARI

Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU
Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi
Makine Mühendisliği Bölümü, 25240, Yakutiye-Erzurum

ÖZET

Günümüz gelişen mühendislik teknolojisinde, yüzey problemi, aşınmanın (korozyon ve yorulma aşınması dahil) minimum seviyeye çekilme çalışmalarının yanında, yoğun bir şekilde sürtünme katsayısı düşük, vakum ve atmosfer şartlarından etkilenmeyen katı yağlayıcı film çalışmaları devam etmektedir. Çok iyi bilindiği gibi uzay şartları, atmosferdeki çevre şartlarından çok farklıdır. Uzayda tribo-elemanlar yüksek ve ultra-yüksek vakumlarda, elektromanyetik alanda, iyonize olmuş partikül ortamında, kozmik-ışın yayınına karşı çalışmaları söz konusu olmaktadır. Yüksek vakum ve uzay uygulamalarındaki mükemmel tribolojik davranışının atmosfer şartlarında da sağlanabilmesi için yoğun bilimsel araştırmalar yapılmaktadır. Son zamanlarda atmosferik uygulamalar için MoS₂ ince filmler, metal (Ti, Nb gibi) ilaveli ya da çok tabakalı büyütülmektedir. Bu çalışma da; PVD-CFUBMS teknolojisi ile sentezlenmiş Ti, Nb, B ve C eklenmiş MoS₂ esaslı katı yağlayıcı ince film kaplamaların yapısal-mekanik-tribolojik özelliklerinin araştırıldığı Ar&Ge sonuçları değerlendirilmiştir. Darbeli-dc sıçratma yöntemi ile büyütülen MoS₂ (Ti/Nb/B/C) kendinden yağlayıcı filmler çok yoğun bir mikro yapı sergilemişlerdir. Ti ilavesinin MoS₂'nin kristalografik oryantasyonu üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu, (002) bazal düzlem oryantasyonunun daha düşük açılara kaydığı ve Ti miktarı arttıkça amorf film yapısına eğilimin arttığı bulunmuştur. Ti'nin MoS₂'ye katılması, matris yapısında oluşan bası gerilmesinden dolayı sertliğin kısmen artmasına neden olurken yağlama görevini üstlenen (002) bazal düzlem yönelimi matriks fazına eklenen Ti miktarının düşük olması (%7-8.54) nedeniyle bozulmamış düşük CoF değerini (0.06-0.07) koruma eğilimi göstermiştir. Diğer taraftan, MoS₂-Nb katı yağlayıcı filmlerin tribolojik performansı nemli havada kuru nitrojenden çok daha iyi olduğu görülmüştür. MoS₂-Nb filmlerinin sürtünme katsayısı nemli hava, kuru nitrojen, damıtılmış su ve sentetik yağ koşullarında sırasıyla 0,075, 0,085, 0,04 ve 0,01'dir. 100 °C de yapılan tribo-testlerde CoF değerinin 0.014 olduğu gözlemlenmiştir. Diğer taraftan, MoS₂ esaslı Ti-Nb-B-C eklenmiş kompozit ve çok tabakalı mimari yapılar sentezlenerek mekanik ve tribolojik özellikler araştırılmıştır. Mo:S:C:Ti:B bazlı kaplamalar çok yoğun ve kolonsuz bir yapı ve yüksek bir yük taşıma kapasitesi ile oldukça düşük sürtünme katsayısı (0.042) sergilemişlerdir. Ti(BN:MoS₂) kompozit yapıdaki katı yağlayıcı kaplama filmin amorf yapıda olduğu, amorf yapıda cBN fazının ve nano kristal yapıda MoS₂ fazının oluştuğu görülmüştür. Adezyon değerleri 40-60N arasında bir değişim göstermiştir. Çok tabakalı katman dizisine sahip derecelendirilmiş kompozit kaplamaların taban malzemeye uygulanan negatif voltaj ın artan değerleri kaplamanın sürtünme katsayısının artmasına neden olurken, darbe frekansının belirgin bir etkisi bulunmadığı not edilmiştir. Tribo-testlerde sıcaklık 40'tan 400 °C'ye çıkarıldığında sürtünme üç ila dört kat artış göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: MoS₂, Katı Yağlayıcı İnce Film, Magnetron Sputtering, Triboloji Sürtünme

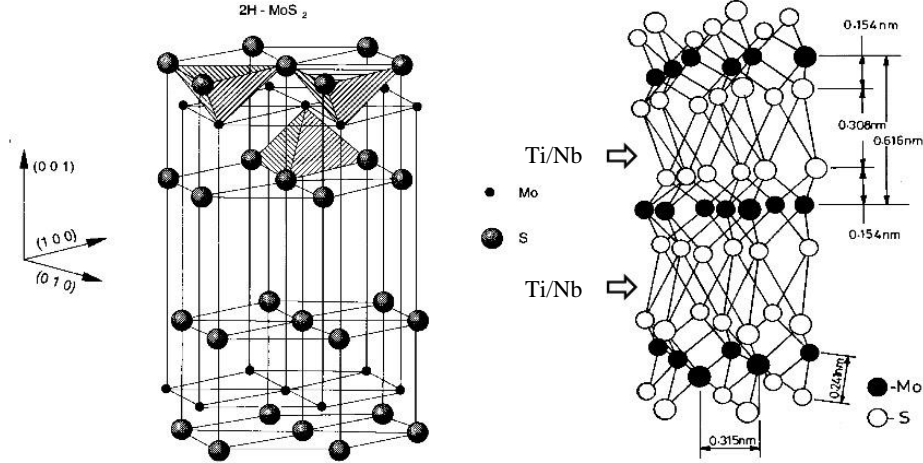
GİRİŞ

Yağlama, belki de insanlık tarihi ile başladı. İnsanoğlunun tarih içindeki gelişimi incelendiğinde, 3500-5000 yıl öncesi Sümer ve Mısır uygarlıklarında, yağlama kavramının tanımlanabileceği uygulamaları görmek mümkün olabilmektedir. Yakın geçmişten günümüze gelirken, yağlamanın mühendislik terminolojisinde kullanımını, sanayii devriminin gerçekleşmesi ile oluştuğunu görmekteyiz. Böylece makine vb sistemlerin kullanılması yaygınlaşmış ve buradan ortaya çıkan sürtünme-aşınma

problemlerinin giderilmesi ve enerji kayıplarının azaltılması yönündeki bilimsel-teknolojik çalışmalar günümüze kadar devam edegelmiştir. Genel anlamı ile birbiri ile temasta olan iki katı yüzey arasındaki sürtünmeyi azaltmak için kullanılan malzeme olarak yağlama kavramı tanımlandı. İlk insan, sürtünmeyi azaltmak için günlük işlerinde kullandığı taş/ahşap elemanlarda: kil/balçık, buz, kum, küçük çakıl kullandı. Böylece insanoğlu kayma mekanizmasını tanımlamış oldu. Tarihsel bakışta, muhtemel yağlama fikrinin yüz bin yıl öncesi Paleontolojik döneme gittiği not edilebilir. Gezegenimizdeki mineral kaynakların teknolojik anlamda işlenmesi ile yağlayıcı özellik taşıyan malzemeler de 1764 yılında John A. Cramer'in, "*Elements of the Art of Assaying Metals*" isimli eserinde gösterilen bazı kaynaklar ile 150 yıl geriye gitmekte mümkün olmuştur [Lansdown A.R., 1999]. Böylece, multidisiplin bilimi olarak "sürtünme-aşınma-yağlama"nın çalışıldığı Triboloji, bilim ve mühendislik dalı olarak ortaya çıkmış oldu.

Bugün katı yağlayıcılar ve kendinden yağlayıcılar, katı fazdaki malzemeler olarak değerlendirilmektedir. Bunlardan çok yaygın olarak kullanılanları; Grafit, hBN, PTFE, MoS₂, WS₂, lerdir. Yumuşak yağlayıcılar olan bu gurubun dışında ayrıca sert katı yağlayıcı olarakta, nitrür-borür-karbür (BC, cBN, TiBCN, TiB₂, TiC vb) ve DLC (*Diamond-like carbon-Elmas benzeri karbon*) gibi ince seramik-kompozit filmlerin kullanılması yönünde yoğun çalışmalar yapılmaktadır. Bununla birlikte sıvı yağlayıcıların etkin olarak kullanılmadığı yerlere bakıldığı zaman, katı yağlayıcı ince filmlerin, çok kritik teknolojik uygulamaların yapıldığı ve/veya yapılmak zorunda olduğu yerler (hava-uzay teknolojisi, mikro-nano teknoloji) olarak bilinmektedir.

Katı yağlayıcılar ve uygulama alanları oldukça yenidir. 1950 lerde, hava taşıtları ile ilgili endüstriyel gelişmeler uzay ve atmosfer şartlarında kullanılacak katı yağlayıcılar ile ilgili sistematik çalışmaların başladığını not edebiliriz. Başlangıç çalışmalarında katı yağlayıcıların özellikle sıvı içine katkı malzemesi olarak katılması, bunların, uzay şartlarında, düşük-yüksek sıcaklık ortamlarında kullanılmalarını sınırlı kılmaktaydı. Gelişen kaplama teknolojileri ile katı yağlayıcı malzemeleri, katı film formunda her tür mühendislik malzemesi yüzeyinde büyütme olası olmuştur. Birçok kaplama tekniğinin yanında, bugün en yaygın kullanılan PVD proseslerinden "Manyetik alanda Sıçratma-Magnetron Sputtering-MS" tekniğidir. MS tekniği pahalı olmasına karşın, büyütülen kaplamaların mikroyapısının kontrol edilebilir olması (kusursuz-çok yoğun yapı, tercihli yönelmeler) ve atmosfer şartlarında, özellikle vakum ortamında mükemmel tribolojik özelliklerin kazanılmasını sağlamaktadır. Konuya ilişkin literatür çalışmalarına bakıldığı zaman; iyi yapışma, iyi oksidasyon kararlılığı, düşük aşınma ve çok düşük sürtünme katsayısına, magnetron püskürtülmüş MoS₂ katı yağlayıcı film ile ulaşıldığını görmekteyiz [Spalvins, 1972; Fleischauer vd., 1988; Monaghan vd., 1993; Wahl ve Singer, 1996; Wahl vd., 1998; Kong vd., 1998; Lauwerens vd., 2000; Chermette vd., 2001; Arslan vd., 2004; Efeoglu, 2005a-b-c; Efeoglu vd., 2008; Hardell vd. 2010; Arslan vd., 2012; Bidev vd., 2013; Bülbül ve Efeoglu, 2016; Cicek vd., 2022]. Lameller katı film kaplama yağlayıcılar gurubunda en çok kullanılanı MoS₂, hBN ve Grafit dir [Holmberg and Matthews, 1994]. MoS₂ nun katı yağlayıcı olarak sputtering ile çalışılmasını ilk olarak, Spalvins ve Przybyszewski (1967)' nin çalıştığını görmekteyiz. Bu tip kaplama filmler çoğunlukla gösterdikleri hegzagonal kristal kafes yapısı ile anizotropik özellik gösterirler; kafesin taban düzlemine paralel yönde tercihli büyümüş düzlemler arasındaki zayıf Van der Waals bağları ile çok düşük kayma dirençleri ile deforme olacaklar, bu da düşük sürtünme katsayılarının meydana gelmesini sağlayacaktır. Tipik olarak MoS₂ nun hegzagonal yapısına bakıldığında (Şekil 1), iki yönde [001] ve [100] yönde kaymanın zor olmasına karşın, [010] yönünde kaymanın çok kolay olduğu görülecektir. Bu da ilgili malzemenin katı film yağlayıcı olarak kullanılmasını etken kılmaktadır.



Şekil 1. MoS₂ nun hekzagonal kristal yapısında Mo ve S atomlarının yerleşimi ve PVD kaplama sürecinde Ti/Nb atomlarının kristal kafes içinde yerleşim konumları

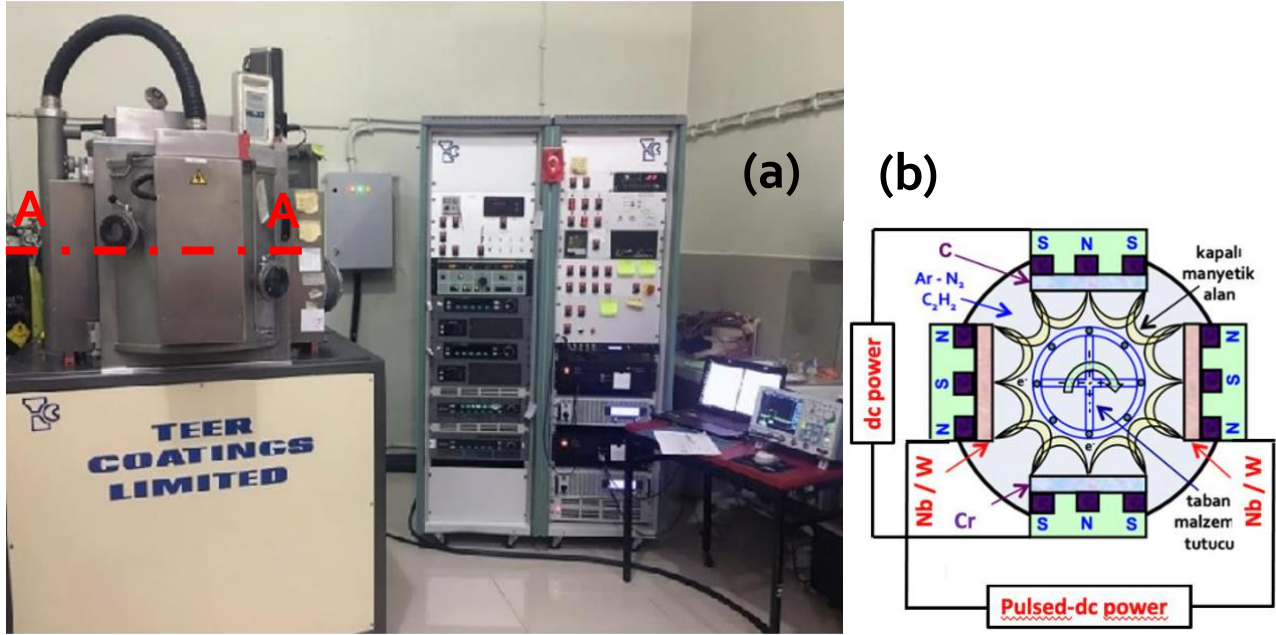
Çok iyi bilindiği gibi atmosfer basıncından uzaya doğru ve uzay şartları, atmosferdeki çevre şartlarından çok farklıdır. Uzayda tribo-elemanlar yüksek ve ultra-yüksek vakumlarda, elektromanyetik alanda, kroyogenik sıcaklıklar, iyonize olmuş partikül ortamında, kozmik-ışın yayınımına karşı çalışmaları söz konusu olmaktadır. Tüm bu farklı karakteristik özellik taşıyan değişkenlerin olduğu bir ortamda, hareket eden ve/veya etmeyen sistemlerde kullanılan malzemelerin farklı şekillerde etkilenmesi ve işlevlerini kaybetmeleri söz konusudur [Patrick,1994; Marlow, 1994; Roberts, 1994; Baker vd., 2007; Paul vd., 2018; Lince, 2020; Wani vd., 2023; Mukhtar vd., 2024]. Paslanmaz tür dışındaki malzemelerin yüksek yoğunluk ve zayıf korozyon direnci nedeni ile hava-uzay taşıt mekanizmalarında kullanılmaları beklenmemektedir. Diğer taraftan hafif yoğunluktaki malzemelerde, çoğu kez, kendilerinden beklenen mekanik özellikleri taşımamaktadırlar. Bu genel sebeplerden dolayı, uzay ve hava taşıtlarında yüksek mukavemetli metal / metal alaşımı malzemelerin kullanılması söz konusu olmaktadır. Kütlesel uygun malzeme seçiminin yapıldığını kabul etsek bile, çok iyi not edildiği gibi uzay şartlarında çalışan mekanizmaların birbirleri ile temastaki yüzeylerde/noktalarında sürtünme-aşınma mekanizması çok önemli bir nokta olarak, sistemin tümünden fonksiyonel olup/olmamasını etkilemektedir. Bu şartlar; tartışmasız olarak, sıvı yağlayıcıların kullanılamaması ve katı yağlayıcı filmlerin kullanılmasını zorunlu hale getirmiştir.

Bu çalışmada, geçen 20 yıl sürecinde yaptığımız Ar&Ge çalışmalarından: Katı yağlayıcı ince film kaplamalara tipik örnek olarak; Ti, Nb, C, B, N eklenmiş, tek-çok tabakalı, kompozit mimari yapıda, MoS₂ kaplamaların, PVD (CFUBMS) kapama teknoloji ile sentezlenmesi ve yapısal-mekanik-tribolojik özelliklerini araştırma sonuçlarının değerlendirilmesi yapılmıştır [Arslan vd., 2004; Efeoglu, 2005a-b-c; Bülbül vd., 2007; Arslan vd., 2008; Efeoglu vd., 2008; Arslan vd., 2010; Bülbül ve Efeoglu, 2010; Hardell vd. 2010; Gebretsadik vd. 2011; Yetim vd., 2011; Arslan vd., 2012; Bidev vd., 2013; Bülbül ve Efeoglu, 2016; Cicek vd., 2022]

YÖNTEM

D2, 52100, 440C çok farklı mühendislik malzemeleri yüzeyine kaplanan Ti, Nb, C, B, N elementlerinin katkılıdırıldığı MoS₂ esaslı kendinden yağlayıcı katı ince filmlerin sentezlenmesinde PVD (CFUBMS-Kapalı Alan Dengelenmemiş Manyetik Alanda Sıçratma) kaplama sisteminde dc ve darbeli-dc (pulsed-dc) güç kaynakları kullanılarak prosesler gerçekleştirilmiştir (Şekil 3). Kaplama proseslerinde Taguchi deney tasarımı uygulanmıştır. Metalik numuneler, mekanik parlatma prosesleriyle, Ra \approx 0.12-0.2 μ m pürüzlülük değerlerine getirilmiştir. Kaplama işleminden önce mekanik parlatılmış numunelerin yüzeyi, kimyasal dağlama işlemine tabi tutularak, vakum odasındaki numune tutucular üzerine yerleştirilmiştir. Kaplama prosesinden önce, numunelerin yüzeyinden olası kirleticileri uzaklaştırmak için 20-30 dakika boyunca argon plazma içinde iyon temizliğine tabi tutulmuştur. Tüm proseslerde taban malzemeler yüzeyine adezyonu iyileştirmek için 50-100nm kalınlığında Ti ara tabaka büyütülmüştür. Kaplamaların; i) mikro yapısal analizleri; SEM-EDS, XRD, ii) Mekanik özellikleri; mikro sertlik testi, Scratch/Çizik adezyon testi, iii) Tribolojik

özellikler; pin-on-disk tribo-test (*farklı ortamlar; oda sıcaklığı, yüksek sıcaklık, sıvı*) reciprocation test ler ile araştırılmıştır.



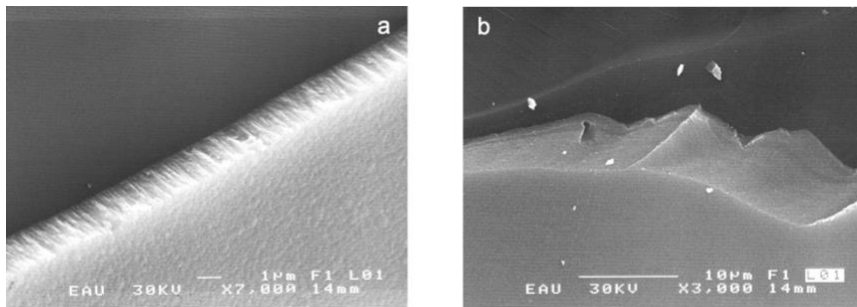
Şekil 3. CFUBMS Sistemi (a) [Teer, 1991] ve A-A kesitinden Magnetronların şematik gösterimi (b)

UYGULAMALAR ve DEĞERLENDİRME

MoS₂-Ti Kaplama Çalışmaları:

Geleneksel olarak kullanılan dc-sıçratma ile hedeflerdeki akım yoğunluğu 1-10 mA/cm² aralığında olurken, zayıf ve kuvvetli magnetron düzenlemesine sahip olan CFUBMS sisteminde bu akım yoğunluğu değeri 10 mA/cm²'nin üzerine çıkabilmektedir. Diğer taraftan; halen "Yüzey Teknolojileri Ar&Ge Laboratuvarı"nda kullanılmakta olan darbeli güç (pulsed-dc) yöntemi ile hedefteki akım yoğunluğu 100 mA/cm² değerine ulaşmaktadır. PVD sisteminin sahip olduğu bu üstünlükler sentezlenen kaplamaların mikro yapılarının sıra dışı yoğun olmalarına sebep olmaktadır (Şekil 4).

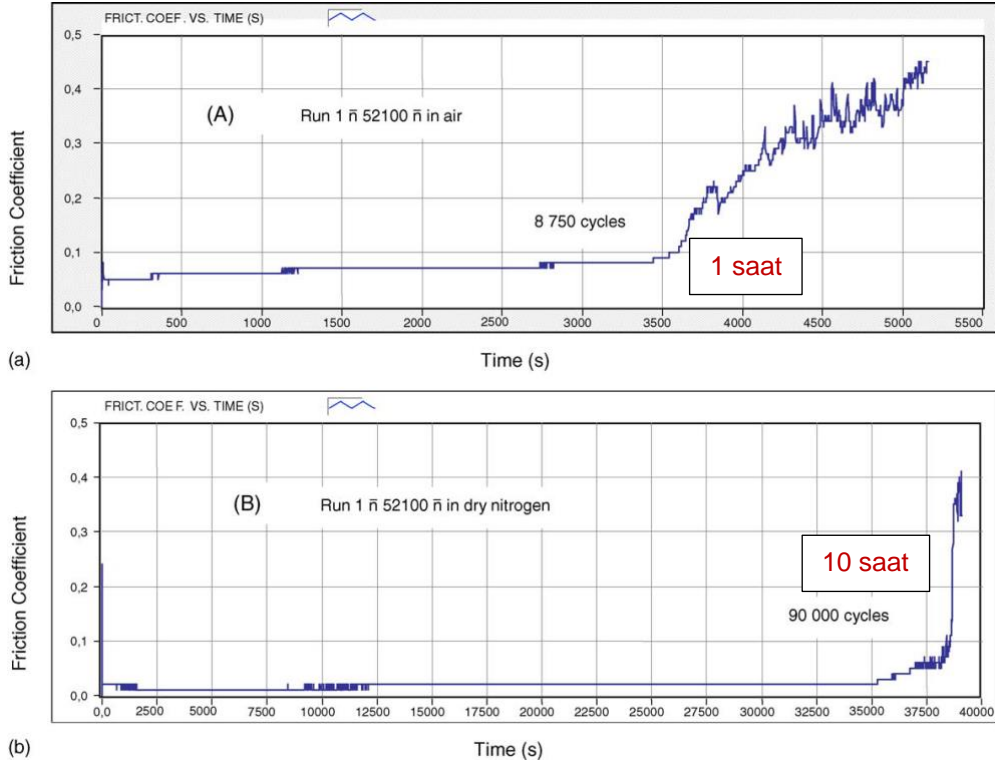
Darbeli-dc modunun adezyon/yapışma, sıra dışı yoğunluk ile daha düşük stres ve sütunlu büyüme morfolojisinin baskılanması üzerindeki iyileştirici etkisinin bir sonucu olarak iyi bir adezyon ve sıra dışı yoğunluğa sahip olurken, DC güç kaynağı kullanıldığında daha düşük mikroyapısal ve mekanik özelliklerin olduğu gözlemlendi (Şekil 4).



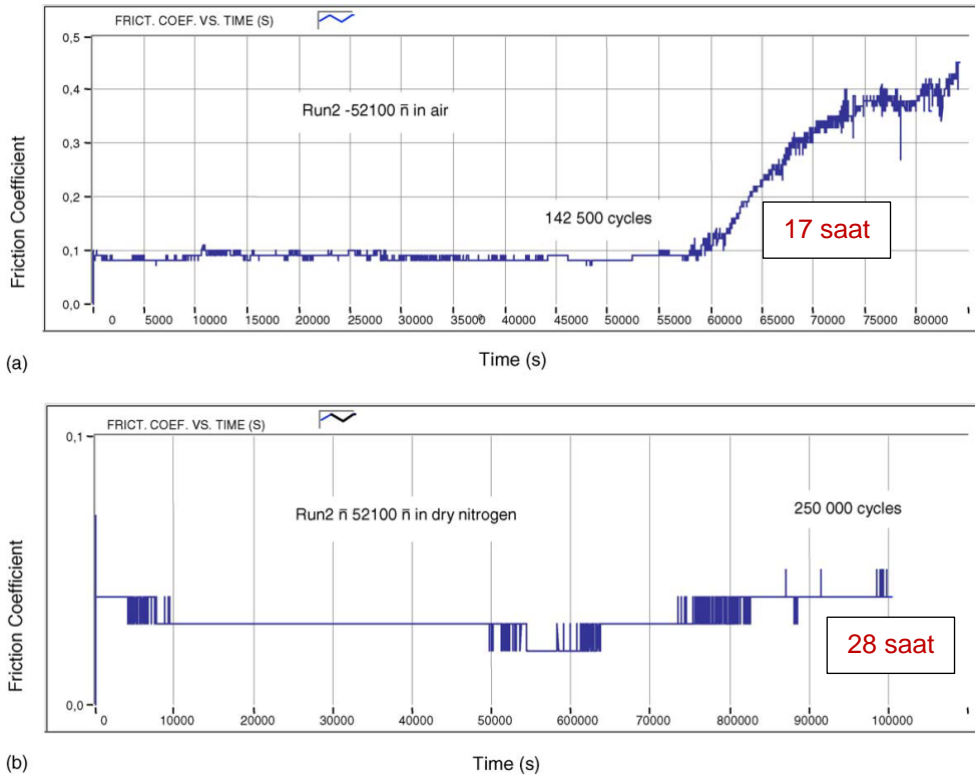
Şekil 4. Biased-dc (a) ve Pulsed-dc (b) güç kaynağı kullanılarak büyütülen MoS₂-Ti kompozit katı yağlayıcı filmin SEM mikro yapı görünümü [Efeoglu vd., 2002; Efeoglu vd., 2012]

D2, M2, 440C, 4140, 52100, and 304 çelikler üzerine, biased-dc ve pulsed-dc güç kaynağı kullanılarak büyütülmüş, mekanik ve tribolojik özellikleri, atmosfer ve kuru azot ortamlarında mikro sertlik testi, sürtünme-aşınma testi yapılarak karakterize edilmiştir. %12.58 Ti (biased-dc) miktarı ile en yüksek mikro sertlik değerlerini (400-518HV_{0.01}) ve 4500 devir sonunda, sürtünme katsayısı 0.03-0.055 arasında değişim göstermiştir. Ti ilavesinin MoS₂'nin kristalografik yönelimi üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu ve (002) taban düzlemi yöneliminin daha düşük açılara kaydığı ve amorf film yapısının eğiliminin artan Ti miktarıyla arttığı bulunmuştur (Şekil 8).

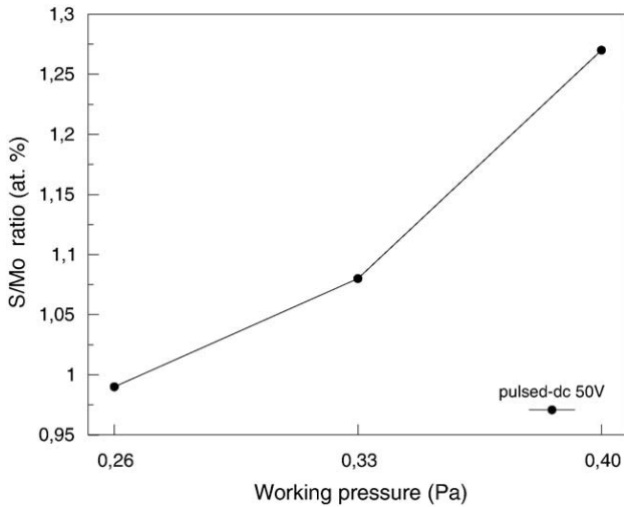
Proje çalışmasında MoS₂-Ti üzerine yapılan Ar&Ge çalışmalarından ulaşılan sonuçlara ait tipik veriler Şekil 5-8 de verilmektedir. Tribotest çalışmaları havada ve kuru azot ortamında yapılmıştır. Aşınma test şartları sabit tutularak, sadece ortam kuru azot olarak değiştirilmiş, sürtünme katsayısı çok düşük değerlerde, 0.02 olarak alınmıştır. S/Mo oranı, taban malzemeye uygulanan voltajın yükselmesi düşme gösterirken, en düşük S/Mo oranı, yüksek taban malzemesi voltajı ile elde edilmiş, yüksek mikro sertlik değerlerine ulaşılmıştır. MoS₂-Ti kompozit filmlerde ön gerilim ve çalışma basıncının S/Mo üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu bulunmuştur. Sabit çalışma basıncında negatif bias voltajı arttıkça S/Mo oranı azalmakta ve sabit bias voltajında artan çalışma basıncı ile S/Mo oranı da artmaktadır (Şekil 7).



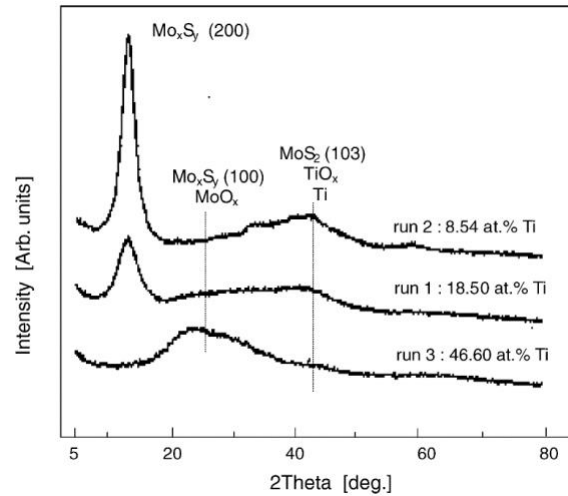
Şekil 5. Sürtünme katsayısının, MoS₂-Ti kaplamalı 52100 çeliği üzerine kaplanmış MoS₂-Ti kaplamanın (R1:026Pa, -50V, MoS₂:0.6A, Ti:1A, T: 2 μ s, F: 100 kHz), (a) havada, (b) kuru azot ortamında sürtünme katsayısındaki değişim [Efeoglu ve Bülbül, 2005]



Şekil 6. Sürtünme katsayısının, MoxSy-Ti kaplamalı 52100 çeliği üzerine kaplanmış MoxSy-Ti kaplamanın (R2:0.33Pa, -50V, MoS₂:0.6A, Ti:1A, T: 2 μ s, F: 100 kHz), (a) havada, (b) kuru azot ortamında sürtünme katsayısındaki değişim [Efeoglu ve Bülbül, 2005]



Şekil 7. Çalışma basıncı ile S/Mo oran ilişkisi

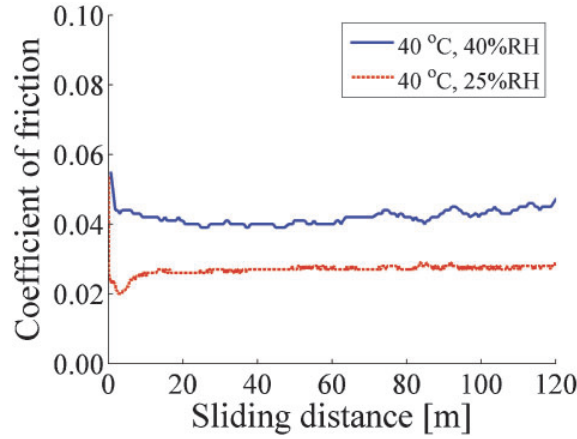


Şekil 8. MoS₂-Ti filmlerinin XRD spektrumları

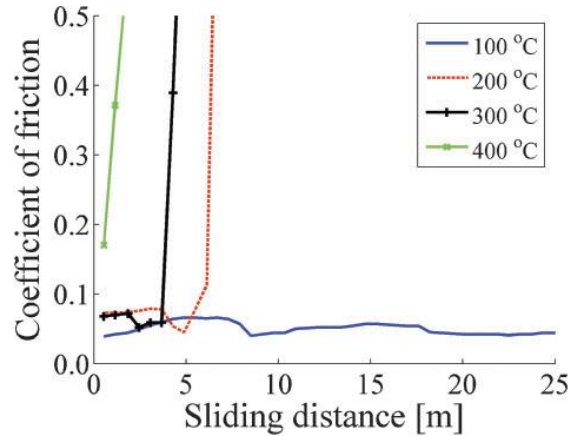
Biased-dc ile büyütülen filmlerin yapılarında rastgele yönelmiş (002), (100) düzlemler oluşurken, pulsed-dc ile büyütülen filmlerde tek kristal (002) yönünde tercihli bir büyümenin olduğu tespit edilmiştir (Şekil 8). MoS₂'ye Ti eklenmesi, matris yapısında oluşan bası gerilmesi nedeniyle sertliğin kısmen artmasına neden olmuştur. Ancak matris fazına eklenen Ti miktarı düşük olduğu için (yaklaşık %8.54) yağlama görevi üstlenen (002) bazal düzlem yönelimi pulsed-dc ile daha yoğun büyüme göstermiş ve yağlama özelliği korunmuştur. Aşınma anında yükselen oksijen konsantrasyonu, MoO_x oksit oluşumunu başlatarak, filmin deformasyonuna sebep olduğu gözlemlenmiştir. Ancak, reaktif (100) düzlem yöneliminin MoO_x oluşumuna katkı sağladığı şeklindeki istenmeyen etkisi Ti'nin MoS₂ kristal kafes içine eklenmesiyle ortadan kaldırıldı [Arslan vd., 2005], böylece elde edilen daha yoğun ve daha güçlü yapı sayesinde daha düşük aşınma oranlarına ulaşılmış oldu.

Pin-on-disc aşınma testinde, sürtünme katsayılarının çok düşük olarak elde edilmesi, aşınma ömürlerinin atmosfer ortamında (RH:%35-40) 150.000 devire (17saat), kuru azot ortamında 250.000 devire /28saat) kadar ulaşması önemli bir değer olarak değerlendirilmiştir [Efeoglu vd., 2002; Arslan vd., 2004; Efeoglu ve Bulbul, 2005; Bülbül vd., 2007; Bülbül ve Efeoglu, 2010; Arslan vd., 2012].

Yapılan bir çalışmada MoS₂-Ti kaplamanın farklı tribotest koşullarında (değişen temas basıncı, RH, ve sıcaklık) tribolojik özellikleri araştırılmıştır. Ulaşılan tipik sonuçlar; i) düşük sıcaklık ve iki farklı RH ortamında düşük sürtünme katsayısı gözlemlenmiş (Şekil 9), ii) CoF uygulanan yüke bağlı olarak değişirken, en yüksek temas basıncında (2GPa) en düşük CoF değerini (0.02) göstermiştir, iii) tribolojik performansın yüksek sıcaklıklarda (Şekil 10) bozulduğu, artan sıcaklıklarla birlikte sürtünmenin arttığı gözlemlenmiştir. Tribolojik performansındaki bozulma, dayanıklılığın yanı sıra sürtünme özelliklerini de olumsuz etkileyen oksitlerin oluşumuna bağlanmaktadır [Hardell vd., 2010].



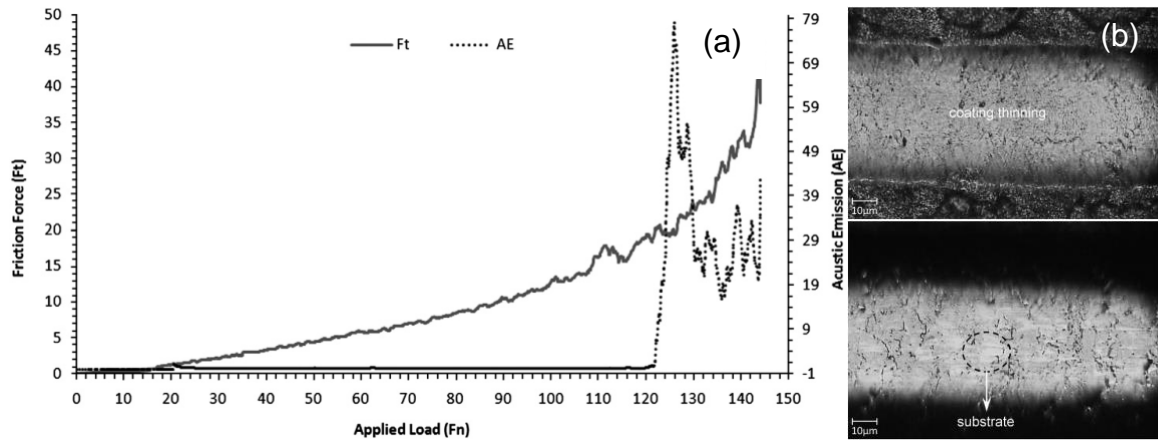
Şekil 9. Farklı RH'de (yük: 50 N, strok: 1 mm; frekans: 50 Hz; sıcaklık: 40°C) 52100 çelik bilyeye karşı ileri geri kayma (reciprocating) sırasında MoS₂-Ti kaplamalı disk için kayma mesafesine bağlı sürtünme katsayısı



Şekil 10. Farklı yüksek sıcaklıklarda (yük: 50 N; strok: 1 mm; frekans: 50 Hz; %25 RH) 52100 çelik bilyeye karşı ileri geri kayan MoS₂-Ti kaplamalı disk için kayma mesafesine bağlı sürtünme katsayısı

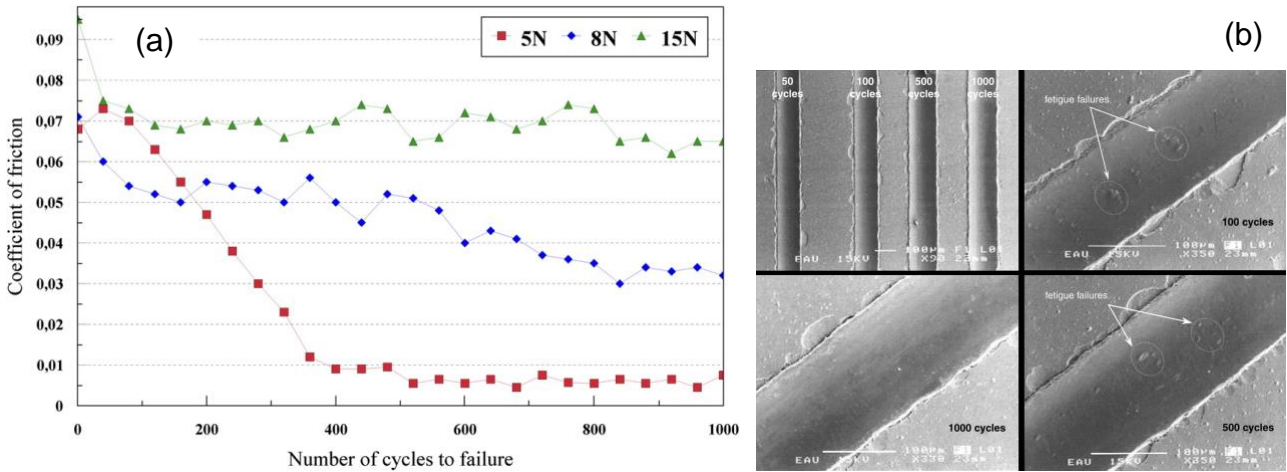
MoS₂-Nb Kaplama Çalışmaları:

Pulsed-dc uygulanarak sentezlenen MoS₂-Nb kaplamaların; i) adezyon ve yorulma özellikleri, ii) yüksek sıcaklıkta sürtünme-aşınma özellikleri ve iii) 45-55RH, kuru azot ve saf su ortamlarında tribolojik özellikler çalışılmıştır [Arslan vd., 2008; Efeoglu vd., 2008; Arslan vd., 2010]. Nb eklenmiş MoS₂ kaplamaların sertliği yükselirken (550KH), adezyon değeri ilk mikro çatlak oluşumu 15N da oluşmuş, film incelmeye devam ederken kaplama-altlık arayüzeyinde adezyon değeri 150N a ulaşmıştır.



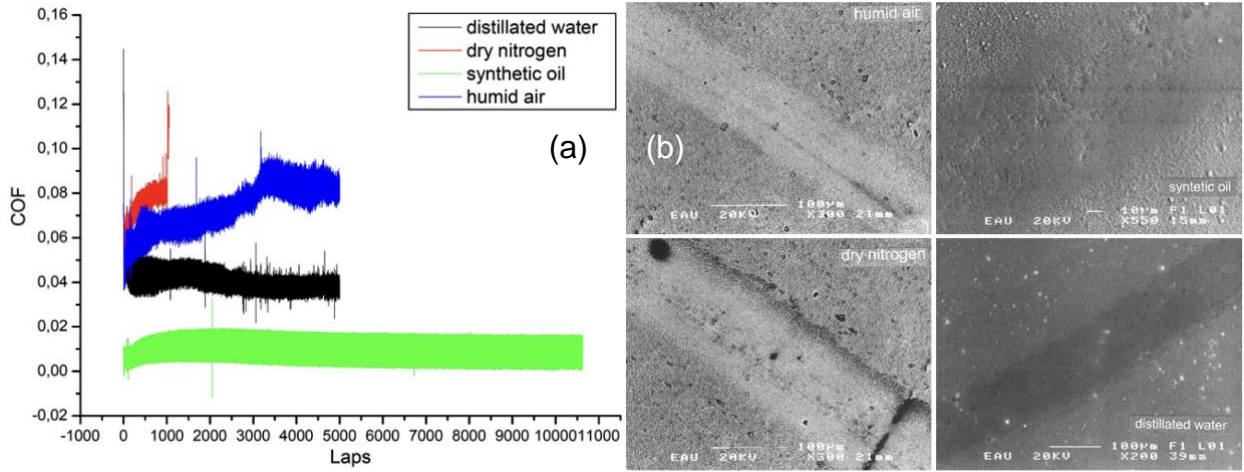
Şekil 11. Artan normal yük altında çizik testi (Scratch-adezyon) sırasında MoS₂-Nb filminin AE ve sürtünme kuvveti sinyalleri ve ulaşılan kritik değeri (a) ve kaplamanın incelmesi (b) [Arslan vd., 2008].

Reciprocation yorulma testinde (sabit yükler, 5-8-15N, altında multi-scratch); sırasıyla sürtünme katsayıları başlangıçta 0.067, 0.073 ve 0.093 değerlerinde oluşurken, 1000 çevrim sonunda, 0.006, 0.035 ve 0.065 değerlerine düştüğü gözlemlenmiştir. Çevrim başlangıcıyla oluşan mikro çatlakların, 1000 çevrim döngüsüne ulaştığında, mikro ölçekli yorulma çataklarının kendi-kendini tamir ederek görünmez olduğu tespit edilmiştir.



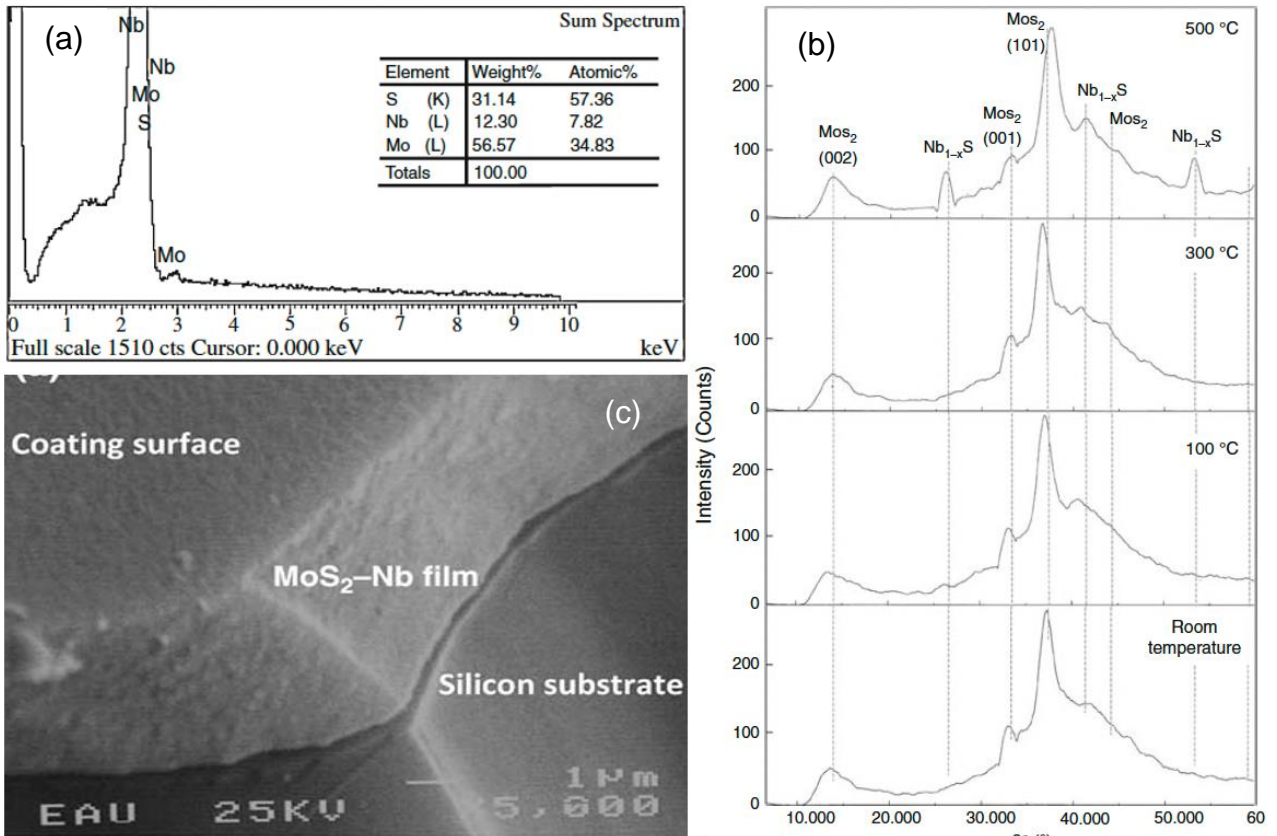
Şekil 12. MoS₂-Nb için sürtünme katsayısının çevrim sayısı ve uygulanan yüklerle değişimi (a) ve MoS₂-Nb kaplamada 15 N'luk çoklu çevrimlerden sonraki kaplamanın yüzey durumu (b) [Arslan vd., 2008]

Tribo-tets ortamı olarak; nemli hava, kuru azot, saf su ve sentetik yağ koşullarında MoS₂-Nb filmlerin CoF değerleri sırasıyla; 0.075, 0.085, 0.04 ve 0.01 değerinde olduğu gözlemlenirken (Şekil 13), nemli havada kuru azota göre CoF değerinin daha düşük olduğu tespit edilmiştir. MoS₂-Nb filmlerinin ince aşınma kalıntıları özellikle yağ ve su koşullarında kayma yönünde ince plakalar şeklinde iz üzerinde tutunmuş ve uzamıştır. Bu aşınmış ve yeniden şekillendirilmiş yüzeyler düşük CoF'ye işaret etmektedir. Darbeli-dc (pulsed-dc) ile manyetik alanda sıçratılmış MoS₂-Nb filmleri, tercihli ve baskın olarak yüzeye paralel (002) basal düzlemin büyümüş olması ve neme duyarlı NbS₂ fazının büyümüş olması (002) düzlemlerinin daha düşük sürtünme katsayısı göstermesine katkıda bulunduğu not edilmiştir. Bu mikroyapıdaki MoS₂-Nb kendi kendini yağlayan filmlerin tribolojik performansı kuru azottan ziyade nemli havada çok daha iyi performans gösterdiğini ortaya koymuştur.



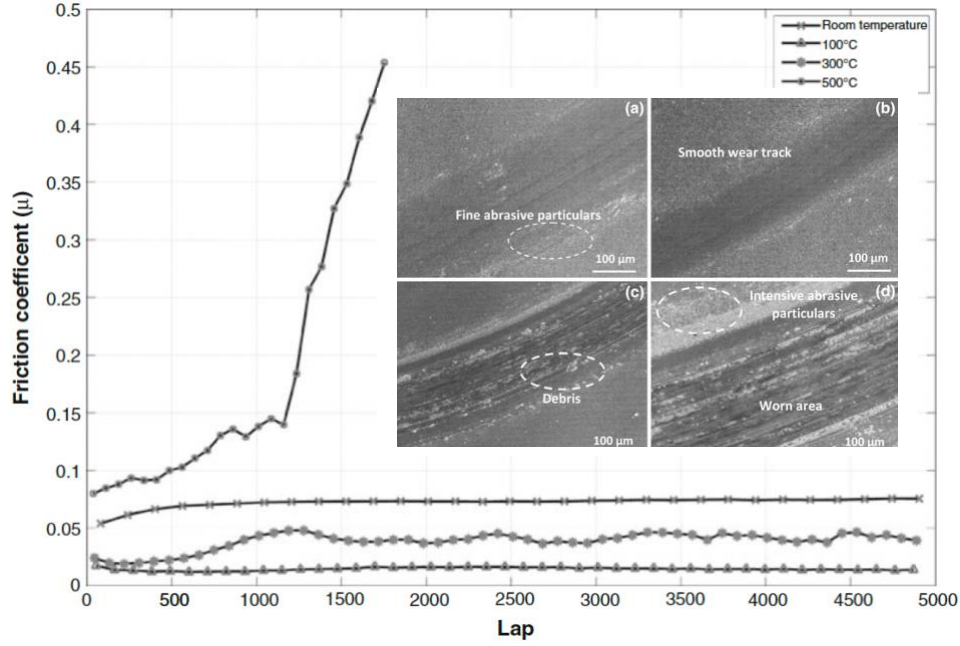
Şekil 13. Farklı tribo-test koşullarında sürtünme katsayılarının tur sayısına bağlı olarak değişimi (a), aşınma iz görünümleri (b) [Efeoğlu vd., 2008]

Darbeli-dc manyetik alanda sıçratma tekniği sonucunda, kolonsuz, yoğun ve kompakt kaplamalar elde edilmiştir. Pulsed-dc ile sentezlenmiş $\text{MoS}_2\text{-Nb}$ kaplamanın yüksek sıcaklıklarda (100-300-500°C) yapılan in-situ XRD analizleri ve tribotest (pin-on-disc) sonuçlarında, düşük CoF nin oluşmasının kaynağı olan ve altlık yüzeyine paralel olarak büyüyen (002) basal düzlemin sıcaklık artışına bağlı olarak değişmediği, ancak 100°C de en düşük CoF değerini (0.014) verdiği gözlemlenmiştir (Şekil 14).



Şekil 14. $\text{MoS}_2\text{-Nb}$ kaplama yüzeyinden EDS analizi (a), SEM yüzey topografisi (b) $\text{MoS}_2\text{-Nb}$ nin kırılma yüzeyi, ve kompozit katı yağlayıcı kaplamanın farklı sıcaklıklarında in-situ XRD yansıma pikleri (c) [Arslan vd., 2010]

In-situ XRD çalışmalarından, düşük sürtünme katsayısının atfedildiği MoS₂Nb un (002) düzlemi, sıcaklığın artışına bağlı olarak değişmediği gözlemlenmiştir. Ancak, sıcaklığın artmasıyla birlikte, kükürtün Nb ile birleşiminden ekstra NbS fazlarının 500 °C de oluştuğu gözlemlendi.

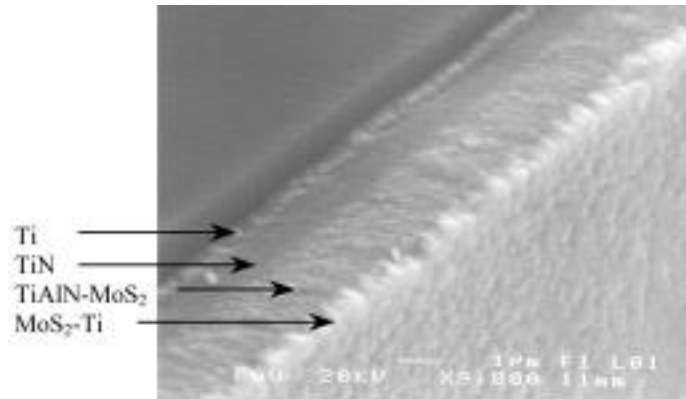


Şekil 15. MoS₂-Nb kompozit katı yağlayıcı kaplamaların dönüş sayısının bir fonksiyonu olarak yüksek sıcaklıklardaki sürtünme katsayılarındaki değişimler ve aşınma izlerinden SEM görüntüleri. [Arslan vd., 2010]

Filmin bozulması olmadan tribolojik davranışı göz önünde bulundurarak, oda ve farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilen yüksek sıcaklık tribo-testlerden kaplamanın belirgin bir hasar davranışı göstermediği optimum sıcaklığın 100°C olduğu görüldü. Sürtünme katsayısı (CoF) bu sıcaklıkta yaklaşık 0,014 olarak ölçüldü. 300 ve 500 °C sıcaklıklarında, kaplamaların sıcaklıkla hızlı oksidasyonu ve MoS₂'ye kıyasla yüksek sürtünme katsayısına sahip bir NbS fazının oluşumu sürtünme katsayısının artmasına neden oldu.

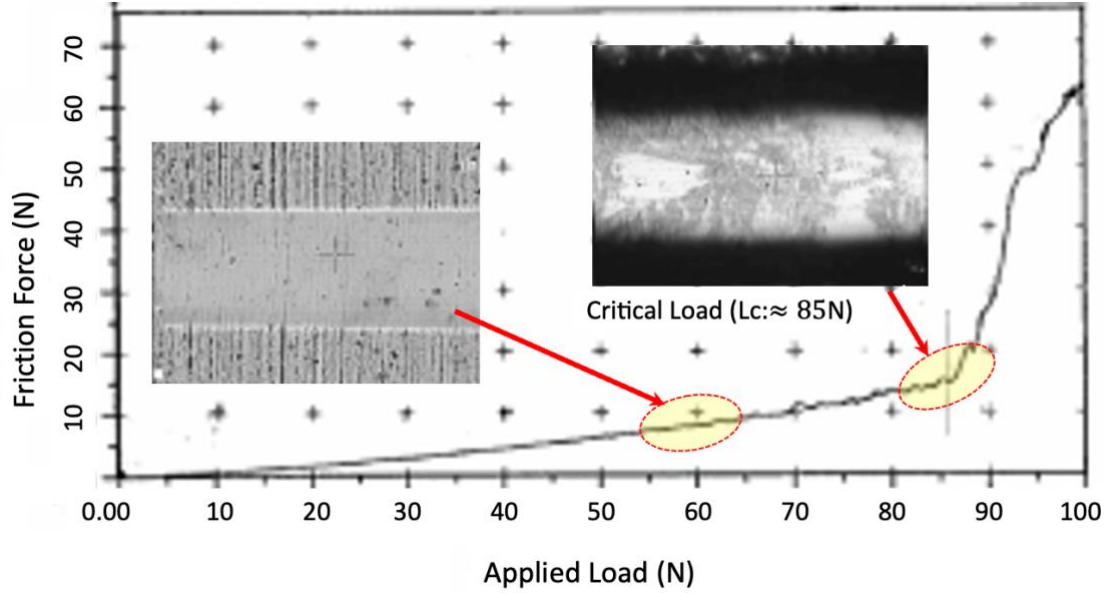
Çoktabakalı-Kompozit MoS₂ Esaslı Kaplama çalışmaları:

Bu bölümde tipik iki ayrı; i) TiN/TiAlN-MoS₂/MoS₂-Ti ve ii) MoS₂/Ti-MoS₂/TiBN-TiBN-TiB₂-Ti çok tabaklı kaplamaların tribolojik özetleri verilmektedir. Bu çalışmalarda, çok tabaklı/katmanlı kaplamalar, kapalı alan dengesiz magnetik alanda sıçratma sistemi (CFUBMS) kullanılarak takım çelikleri (D2 ve 52100) üzerine biriktirildi. Şekil 16 da tipik bir SEM görüntüsünde çok tabaklı görülmektedir. Kaplamaların her bir tabakasının çok yoğun bir yapıda olduğu görülmektedir.



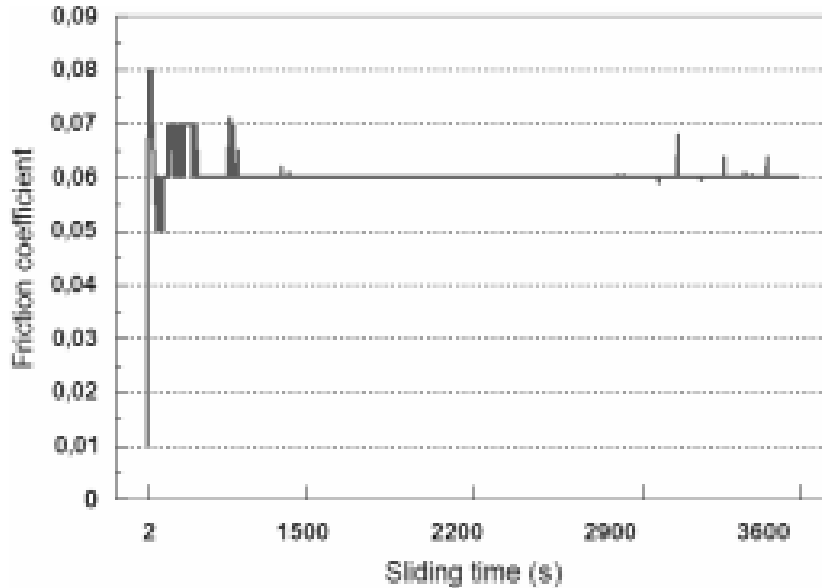
Şekil 16. Çok tabakalı olarak sentezlenmiş TiN/TiAlN-MoS₂/MoS₂-Ti filmin mikro yapısı

Şekil 17 de tipik bir çizik test grafiği ve çizik izinden alınan fotoğraflar görülmektedir. Çizik boyunca çok tabakalı kaplama artan yük altında incelme yönünde plastik deformasyona maruz kalırken, adeziv veya kohezif türünde bir hasarın olmadığı görülmektedir. Sonuçlar, MoS₂-Ti ve TiAlN-MoS₂ katmanları arasındaki arayüzde mikro çatlaklar veya hasarlar olmadan çok net çok katmanlı incelme ilerlemesi gösterdi. Ulaşılan nihai kritik yük/adezyon değerinin yaklaşık 85N olduğu gözlemlenmiştir. Çok katmanlı tabakalar daki oluşan gerilmelerin arayüzlerdeki adezyona olumsuz yönde etki etmediği değerlendirilmiştir.



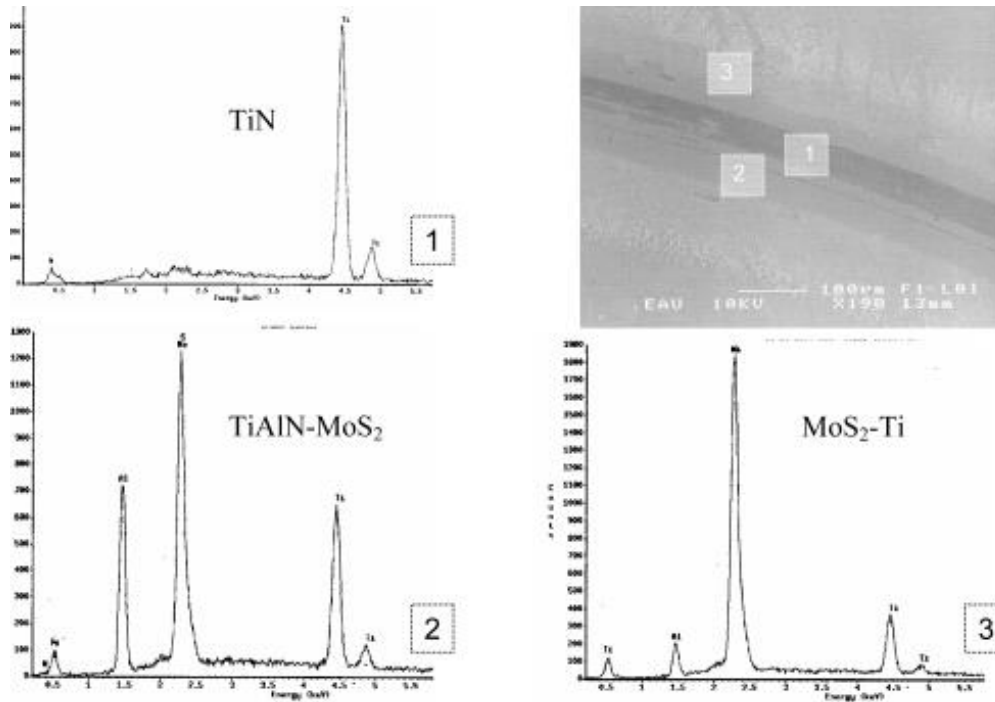
Şekil 17. Tipik bir Çizik test grafiği ve çizik iz üzerinden OM görüntüleri [Efeoğlu, 2007]

Çok tabakalı TiN/TiAlN-MoS₂/MoS₂-Ti kaplamanın Pin-on-disk testiyle gözlemlenen düşük ve kararlı CoF değerinin değişimi Şekil 18'de görülmektedir. İlk 2s içindeki 0.08 olan statik CoF değeri hızlı bir şekilde 0.05 değerine düşmüş, ve 500-600 s süre ile ilk dinamik sürtünme katsayısı çok kısa aralıklarda 0,06-0,07 arasında değişim göstermiştir ve test sürecinin bitimi 3600's'eye ulaşıncaya kadar, kararlı ve sabit bir değerde (μ :0,06) sürtünme davranışı göstermiştir. Düşük CoF'un temel nedeni TiAlN-MoS₂ ve MoS₂-Ti üst tabakasının kompozit yapısının varlığı gibi görünüyorken pin-on-disk tribotest sistemiyle elde edilen düşük sürtünme katsayısının bir diğer nedeninin kaplama yapısındaki TiAl bazlı fazların oksidasyon direnci olduğu not edilmiştir.



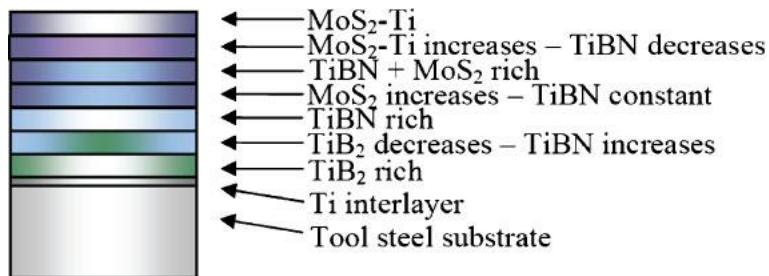
Şekil 18. Çok katmanlı TiN/TiAlN-MoS₂/MoS₂-Ti kompozit filmin kayma süresine bağlı olarak sürtünme katsayısındaki değişimler. [Efeoğlu, 2007]

Tribo-test sonucu alınan aşınma yüzeyinden alınan SEM görüntüsünde kaplamada meydana gelen aşınma ile belirgin bir şekilde görülen ara tabakalar 1-2-3 ile işaretlemiş ve ilgili bölgelerden EDS analizi yapılmıştır (Şekil 19). Yapılan SEM-mikroskobik incelemelerde alt/ara katmanların arayüzlerinde herhangi hasar oluşumuna yönelik bir olumsuzluk gözlemlenmedi.



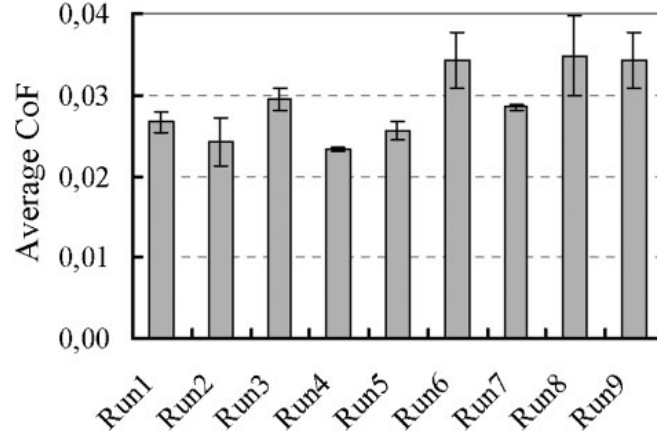
Şekil 19. Aşınma profili ve profil üzerinden alınan EDS analizleri [Efeoğlu, 2007]

Yüzey kaplamalarının kullanımı, çeşitli tribolojik uygulamalarda sürtünme ve aşınmayı azaltmada en önemli yaklaşımlardan biri olarak ortaya çıkmaktadır. Tek katmanlı kaplamaların geniş bir uygulama alanı olmasına rağmen, tek katmanın performansı her zaman istenen tribolojik özellikleri karşılamak için yeterli olmayabiliyor. Bu nedenle, agresif ortamlar/zorlu uygulamalarda farklı fonksiyonel yüzey özelliklerini karşılamak için çok katmanlı kaplamalar gerekli olmaktadır. Bu çalışmada, 52100 takım çeliği yüzeyine CFUBMS ile biriktirilen $\text{MoS}_2/\text{Ti}-\text{MoS}_2/\text{TiBN}-\text{TiBN}-\text{TiB}_2-\text{Ti}$ 'den oluşan belirli bir katman dizisine sahip derecelendirilmiş bir kompozit çok katmanlı kaplamanın tribolojik özellikleri sırasıyla 40 ve 400 °C sıcaklıklarda incelenmiştir. Çok tabakalı kompozit yapıdaki kaplama mimarisi de Şekil 20'de verilmektedir. Kaplama mimarisinin oluşturulmasında, bir Ti, iki TiB_2 ve bir MoS_2 hedef kullanıldı. Kaplama proses parametrelerinin optimizasyonu için L9 dizili Taguchi deney tasarımı yöntemi, test numuneleri üzerine kaplamaların biriktirilmesi için kullanıldı [Gebreksadik vd., 2011].



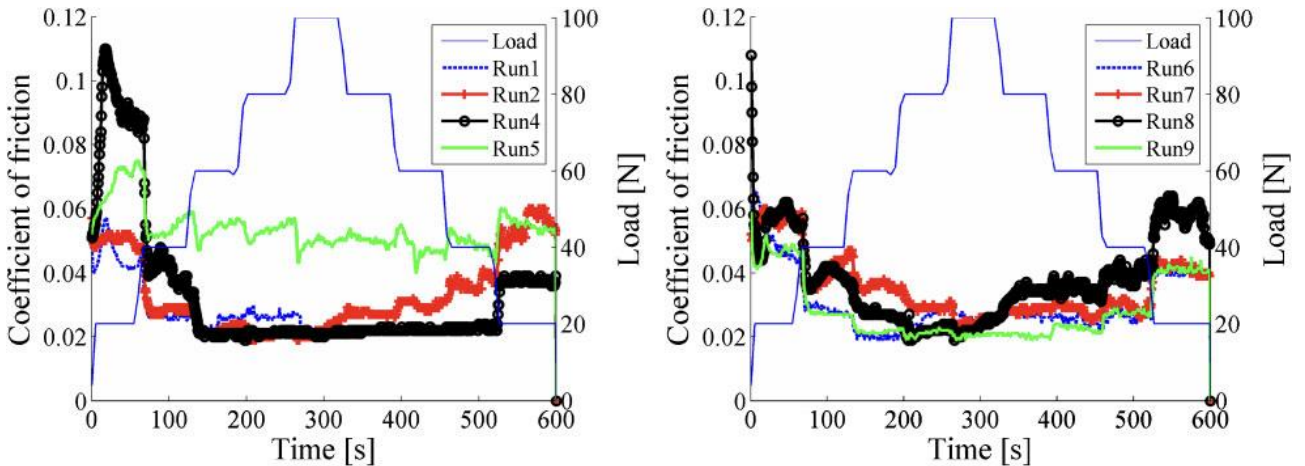
Şekil 20. Çok tabakalı/katmanlı kompozit kaplamanın mimari yapısının şematik gösterimi [Gebreksadik vd., 2011]

Şekil 21’de dereceli çok katmanlı kaplamaların sürtünme özellikleri 40°C altında incelendi. Sürtünme katsayısının zamana bağlı olduğu ve testin en başında, sürtünme katsayısı 0.07’ye kadar yükseldiği, ancak test ilerledikçe sürtünme katsayısının azalma eğilimi ve sabitlendiği gözlemlenmiştir. Sabit durumdan önce sürtünme katsayısındaki artış, üst yüzeydeki MoS₂ kristalitlerini yeniden yönlendirmek için gereken enerjiden kaynaklandığı not edilmiştir.



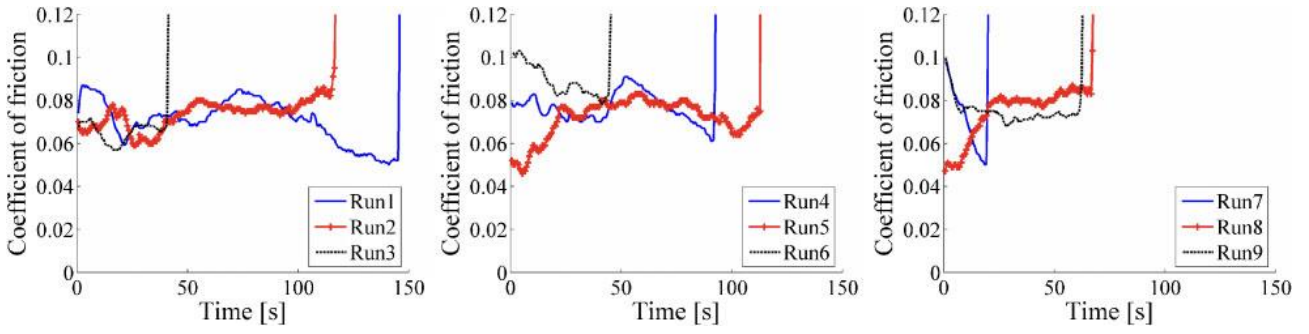
Şekil 21. 40°C’de farklı kaplama bileşimleri için ortalama sürtünme katsayısı (CoF) değerlerinin durumu [Gebretsadik vd., 2011]

MoS₂/Ti–MoS₂/TiBN–TiBN–TiB₂–Ti çok tabakalı kompozit yapının test sürecinde artırılan-azaltılan yükler altındaki sürtünme özellikleri Şekil 22 de gösterilmektedir. Sürtünme katsayısının normal kuvvet arttıkça azaldığı ve en düşük sürtünme katsayılarının 100 N yükte olduğu not edildi (Şekil 22). Run3 de kaplama çok kısa bir süre içinde (5-10s) düşük yük seviyelerinde hasara uğramıştır. Daha düşük yüklerde yüzey teması ile yeterli plastik deformasyonla MoS₂ hekzagonal yapının (002) basal düzlemlerinde kayma oluşturamadığı ancak yük arttıkça yüzey teması artması ve tamamen (002) lameller arasında kayma gerçekleşir, böylece sürtünme katsayısı azalır. Şekil 22 de tribo-test sürecinde CoF değerlerinin değişimi gösterilmektedir.



Şekil 22. Değişken yükler (artırılmış ve azaltılmış) altında CoF deki eğişimler [Gebretsadik vd., 2011]

Yüksek sıcaklıkta (400°C) yapılan tribolojik testlerde kaplamanın sürtünme davranışının sıcaklığa bağlı olduğu da bulunmuştur (Şekil 23). Sürtünme katsayısı eğrisinin bir özelliği sabit bir aralığın olmamasıdır. Kaplamaların oda sıcaklığında ve 400°C’de sürtünme ve aşınma özellikleri sırasıyla iki temel farklılık gösterdiği not edilmiştir. Birincisi, sıcaklık 40’tan 400°C’ye çıkarıldığında sürtünme katsayısı önemli ölçüde üç ila dört kat artmıştır. İkincisi, kaplamanın ömrünün 400°C’de önemli ölçüde azaldığı gözlemlenmiştir.



Şekil 23. Dokuz farklı kaplama bileşiminin zamana bağlı olarak CoF değişimi [Gebretsadik vd., 2011]

Sürtünme katsayısındaki bu farklılıklar esas olarak sıcaklık artışının neden olduğu yapısal değişikliklerden kaynaklanır. Yüksek sıcaklıkta, üst tabakada (MoS_2 -Ti) oksidasyon oluşumu (MoO_x) ve bu da doğası gereği aşındırıcı olan molibden dioksit gibi aşındırıcı oksitlerin abrasif etki oluşturması ile CoF de artışa sebep olması not edilmiştir.

SONUÇ

- CFUBMS sisteminde kullanılan darbeli-dc (pulsed-dc) modunun adezyon/yapışma, sıra dışı yoğunluk ile daha düşük stres ve sütunlu büyüme morfolojisinin baskılanması üzerindeki iyileştirici etkisinin olduğu, dc güç kaynağı kullanıldığında daha az yoğunlukta mikroyapısal ve mekanik özelliklerin olduğu gözlemlendi.
- Tüm MoS_2 esaslı kaplamalarda hekzagonal yapıdaki (002) basal düzlem yoğunluğu çalışma basıncına ve Ti içeriğine bağlı olarak taban malzeme yüzeyine paralel olarak büyüme eğilimi göstermiştir. Tribolojik uygulamalar için tercih edilen bu düzlem, 0,26 ve 0,33 Pa çalışma basınçlarında altlık yüzeyine tercihli olarak paralel olarak büyüme eğilimi göstermiştir.
- MoS_2 -Ti kompozit filmlerde ön gerilim ve çalışma basıncının S/Mo üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu bulunmuştur. Sabit çalışma basıncında bias voltajı arttıkça S/Mo oranı azalmakta ve sabit bias voltajında artan çalışma basıncı ile S/Mo oranının da arttığı görülmüştür.
- Yüksek sıcaklık tribotestlerde Nb katkılanmış MoS_2 kaplamaların Ti eklenmiş MoS_2 kaplamalardan daha iyi performans sergilediği, 100°C de en düşük CoF değerini (0.014) sergilediği gözlemlenmiştir.
- Reciprocation yorulma testlerinde ilk çevrimlerde oluşan mikro çatlakların 1000 çevrin sonunda 5N sabit yük altında, 0.006 CoF değeriyle, kendi-kendini tamir eder bir özellikte mikro çatlakların giderildiği tespit edilmiştir.
- Çok tabakalı katman dizisine sahip derecelendirilmiş kompozit kaplamaların; i) kaplamanın biriktirme parametrelerinin yanı sıra tribolojik testler sırasında temas basıncı ve sıcaklık gibi test parametrelerinin tribolojik davranışı etkilediği gözlemlenmiştir, ii) düşük azot akış oranı en düşük dayanıklılığı sağlamıştır, iii) taban malzemeye uygulanan negatif voltaj ın artan değerleri kaplamanın sürtünme katsayısının artmasına neden olurken, darbe frekansının belirgin bir etkisi bulunmadığı not edilmiştir, v) tribo-testlerde sıcaklık 40°C 'tan 400°C 'ye çıkarıldığında sürtünme üç ila dört kat artış göstermiştir.
- Sıvı yağlayıcıların kullanılmadığı hava ve uzay araçlarında, kendinden yağlayıcı MoS_2 ince filmin Ti ve Nb katkılanmış kompozit yapısında (002) basal düzlemin altlık yüzeyine paralel olarak büyütülmesiyle, tribolojik özelliklerin farklı tribotest ortamlarında düşük CoF sergiledikleri, MoS_2 -Nb kaplamaların MoS_2 -Ti kaplamalara göre gösterdiği daha iyi performansla, atmosfer şartlarında, havacılık ve uzay uygulamaları için kritik potansiyele sahip olduğu tespit edilmiştir.

TEŞEKKÜR

MoS₂ esaslı kendinden yağlayıcı katı ince filmlerin sentezlenmesinde Proje desteği veren; i) Savunma Sanayi Bakanlığı, ii) TÜBİTAK (MİSAG 145, MİSAG 219, MAG105M190, MAG 106M310), iii) Swedish Research Council 2006-20368-4432011 ve SSAB Oxelosund, iv) BOREN 2006-35-Ç-34-23, ve v) Atatürk Üniversitesi BAP (1999/128, 2001/123, 2005/04)'ne müteşekkirim. Ayrıca ilgili proje çalışmalarında çalışan, katkı veren araştırmacılara teşekkürlerimi sunuyorum.

KAYNAKLAR

- Arslan E., Bülbül F., Efeoglu I. The Structural and Tribological Properties of MoS₂-Ti Composite Solid Lubricants. *Tribology Transactions*, 47: 218-226, 2004.
- Arslan E., Bulbul F., Alsaran A., Celik A., Efeoglu I. The effect of deposition parameters and Ti content on structural and wear properties of MoS₂-Ti coatings. *Wear* 259 (2005) 814–819.
- Arslan E., Baran Ö., Efeoglu I., Totik Y. Evaluation of adhesion and fatigue of MoS₂-Nb solid-lubricant films deposited by pulsed-dc magnetron sputtering. *Surface & Coatings Tech.* 202 (2008) 2344–2348.
- Arslan E., Totik Y., Bayrak O., Efeoglu I., Celik A. High temperature friction and wear behavior of MoS₂/Nb coating in ambient air. *J. Coat. Technol. Res.*, 7 (1) 131–137, 2010.
- Arslan E., Totik Y., Efeoglu I. Comparison of structure and tribological properties of MoS₂-Ti films deposited by biased-dc and pulsed-dc. *Progress in Organic Coatings* 74 (2012) 772– 776.
- Baker C.C., Chromik R.R., Wahl K.J., Hu J.J., Voevodin A.A. Preparation of chameleon coatings for space and ambient environments. *Thin Solid Films* 515 (2007) 6737–6743.
- Bidev F. Baran Ö., Arslan E., Totik Y., Efeoglu I. Adhesion and fatigue properties of Ti/TiB₂/MoS₂ graded-composite coatings deposited by closed-field unbalanced magnetron sputtering. *Surface & Coatings Technology* 215 (2013) 266–271.
- Bülbül F. Efeoglu I., Arslan E. The effect of bias voltage and working pressure on S/Mo ratio at MoS₂-Ti composite films. *Applied Surface Science* 253 (2007) 4415–4419.
- Bülbül F. and Efeoglu I. MoS₂-Ti Composite Films Having (002) Orientation and Low Ti Content. *Crystallography Reports*, 2010, Vol. 55, No. 7, pp. 1177–1182.
- Bülbül F., Efeoglu I. Synergistic effect of bias and target currents for magnetron sputtered MoS₂-Ti composite films. *Materials Testing*, 58 (2016) 5.
- Chermette H., Rogermond F., El Beggali O., Paul J.F., Donnet C., Martin J.M., and. Le MogneT., Lubrication propeties of molybdenum disulphur: a density functional theory study, *Surface Scienc* 472 (2001) 97-110
- Cicek H., Gözübüyük Ö., Efeoglu I. Effect of thermal oxidation on structural and tribological properties of MoS₂ films. *Lubrication Science*. 2023; 35:144–154.
- Efeoglu I, Bülbül F., Arslan E., MoS₂ Metalurjik İnce Film Üretimi ve Tribolojik-Mekanik-Yapısal Özelliklerin Karakterizasyonu, TÜBİTAK MİSAG-145 Projesi, Sonuç Raporu, 2002.
- Efeoglu I., Co-sputtered Mo:S:C: Ti:B based coating for tribological applications. *Surface & Coatings Technology* 200 (2005a) 1724 – 1730.
- Efeoglu I., Bulbul F. Effect of crystallographic orientation on the friction and wear properties of MoxSy-Ti coatings by pulsed-dc in nitrogen and humid air. *Wear* 258 (2005b) 852–860.
- Efeoglu I. Deposition and Characterization of a Multilayered-composite Solid Lubricant Coating. *Rev. Adv. Mater. Sci.* 14 (2007) 14-34.
- Efeoglu I., Baran Ö., Yetim F., Altıntaş S. Tribological characteristics of MoS₂-Nb solid lubricant film in different tribo-test conditions. *Surface & Coatings Technology* 203 (2008) 766–770.
- Fleischauer P.D., and Bauer R., Chemical and structural effects on the lubrication properties on sputtered MoS₂ films, *Tribology Trans.*, 31, (1988), 239-250.

- Gebretsadik D.W., Hardell J., Efeoglu I., and Prakash B. Tribological properties of composite multilayer coating. *Tribology* 2011 Vol 5 No 3, 100-106.
- Hardell J., Efeoglu I., and Prakash B. Tribological degradation of MoS₂-Ti sputtered coating when exposed to elevated temperatures. *Tribology* 2010 VOL 4 NO 3 121-129.
- Holmberg K., and Matthews A., (1994), *Coating Tribology: Properties, Techniques and Applications in Surface Engineering*, Tribology Series 28, ed by: D. Dowson, Elsevier, Amsterdam.
- Kong H., H-Gu.Han, E-Sung Yoon, O-Kwan. Kwon, N.K. Myshkin N.K., Evaluation of the wear life MoS₂ bonded films in tribo-testers with different contact configuration. *Wear*, 215, pp. 25-33. 1998.
- Lansdown A.R, Molybdenum Disulphide Lubrication, Tribology Series, 35, 1999, Elsevier Science B.V.
- Lauwerens W., Wang J., Navratil J., Wieers E., J.D'haen, Stals L.M., Celis J.P., and Bruynseraede Y., Humidity resistant MoS_x films prepared by pulsed magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology* 131 (2000) 216-221.
- Lince J.R. Effective Application of Solid Lubricants in Spacecraft Mechanisms. *Lubricants* 2020, 8, 74.
- Marlow R., *Materials and Surface Treatments for Spacecraft Mechanism Applications*, pp. 3.1-3.34. Tribology for Spacecraft, European Space Tribology Laboratory, AEA Technology, Risley, Warrington, UK. 8-9 June 1994.
- Monaghan D.P., Teer D.G., Efeoglu I., Arnell R.D., High density molybdenum disulphide films by closed-field unbalanced magnetron sputtering. Paper presented at the ICMCTF'93, San Diego, CA, USA, April 19-23, 1993.
- Mukhtar S.H., Gulzar A., Saleem S., Wani M.F., Sehgal R., Yakovenko A.A., Goryacheva I.G., Sharma M.D. Advances in development of solid lubricating MoS₂ coatings for space applications: A review of modeling and experimental approaches. *Tribology International* 192 (2024) 109194.
- Patrick T.J., *The Space Environment*, pp. 1.1-1.6. Tribology for Spacecraft, European Space Tribology Laboratory, AEA Technology, Risley, Warrington, UK. 8-9 June 1994.
- Paul A., Singh H., Mutyala K.C., and Doll G.L. An Improved Solid Lubricant for Bearings Operating in Space and Terrestrial Environments. *Proceedings of the 44th Aerospace Mechanisms Symposium*, NASA Glenn Research Center, May 16-18, 2018.
- Robert E.W., *Thin Solid Lubricant Films in Space*, pp. 4.1-4.27. Tribology for Spacecraft, European Space Tribology Laboratory, AEA Technology, Risley, Warrington, UK. 8-9 June 1994.
- Spalvins T., and Przybyszewski J.S., Deposition of sputtered molybdenum disulfide films and friction characterization of such films in vacuum, *NASA TN D-4269*, Dec.1967.
- Spalvins T., Lubrication with sputtered MoS₂ films, *ASLE Trans.*, 14 (1972), 267-274.
- Teer D.G. UK Patent BG 2 258 343 B (1991).
- Wahl K.J., and Singer I.L., third body in life enhancement of MoS₂. *The Third Body Concept* / D. Dowson et al. (Editors), 1996, Elsevier Science B.V.
- Wahl K.J., Belin M., Singer I.L., A triboscopic investigation of the wear and friction of MoS₂ in a reciprocation sliding contact. *Wear*, 214, (1988), pp. 212-220.
- Wani M.F., Ziyamukhamedova U., Mufti T.A., Sehgal R., and Saleem S.S. Design, fabrication and characterization of MoS₂ self-lubricating pure MoS₂ Coatings for space applications using PVD magnetron sputtering. *CONMECHYDRO – 2023, E3S Web of Conferences* 401, 05084 (2023).
- Yetim A.F., Efeoglu I., Celik A., Alasaran A., and Kaymaz I. Deposition and Adhesion Characterization of Ti(BN:MoS₂) Based Composite Thin Films Prepared by Closed-Field Unbalanced Magnetron Sputtering. *Journal of Adhesion Science and Technology* 25 (2011) 1497–1505.