

KÜBİK BOR NİTRÜR (c-BN) KAPLAMALAR

Bilgin KAFTANOĞLU^a, Nihan DÖKMETAŞ^b

^a Atılım Üniversitesi İmalat Mühendisliği Bölüm Başkanı
Tel: 0-312-5868310 bilgink@atilim.edu.tr Ankara/TÜRKİYE

^{b, *} BOREN Bor Kaplama Yetkinlik Merkezi Araştırma Mühendisi
Tel: 0-312-5868867 nihandokmetas@gmail.com Ankara/TÜRKİYE

Özet

Son yıllarda talaşlı imalatta kullanılan kesici takımların performanslarının artırılması için farklı kaplamalar kullanılmaktadır. Kübik bor nitrür (c-BN) sahip olduğu üstün mekanik ve kimyasal özelliklerinden dolayı önemli bir kaplama malzemesi olarak kesici uç uygulamalarında kullanılmaya başlanmıştır. Yüksek sertlik, düşük sürtünme katsayısı, iyi ısı iletkenlik, yüksek elektrik ve aşınma direnci ve yüksek sıcaklıklarda kimyasal kararlılığı göze çarpan özellikleri olarak sayılabilir. Kübik bor nitrür elmastan sonra bilinen en sert malzemedir. Ayrıca, yüksek sıcaklıklarda oksijen ve demirli malzemelere karşı gösterdiği kimyasal kararlılığı, elmasa göre daha üstün bir özelliktir.

Kaplama yöntemleri arasında, saçtırma tekniği – bir Fiziksel Buharlaştırma Yöntemiyle Büyütme (FBYB) işlemi – düşük sıcaklıkta gerçekleşmesi, çok ince kaplamalar elde edebilme imkânı, keskin köşelerde ve karmaşık geometriler üzerinde büyütülme yapılabildiği için daha çok tercih edilmektedir. Teknolojisi, tasarımı ve imalatı yerli olarak yapılan bu kaplama sistemi ile sanayi kuruluşlarından gelen kesici takımlar, kalıplar ve makine parçaları c-BN ile kaplanmıştır.

Elde edilen kaplamaların nitelendirilmesi için Fourier transform kızılötesi spektroskopisi (FTIR), X-Ray fotoelektron spektroskopisi (XPS) ve Taramalı elektron mikroskobu (SEM) teknikleri kullanılmıştır. Ayrıca, kalınlık, sürtünme katsayısı, aşınma ve yapışkanlık gibi fiziksel, mekanik ve tribolojik özelliklerinin ölçümleri de kalotest, tribometre, profilometre ve çizik (scratch) test ve nano sertlik cihazları kullanılarak yapılmıştır.

Kaplamaların karakterizasyonundan elde edilen sonuçlar, bu parçaların aşınma direncinin ve sertliğinin arttığını göstermekte ve bir katma değer yaratarak imalatta verim artışını sağlamaktadır. Bu durumda, talaşlı imalatta c-BN kaplanmış takımların kullanılması, en iyi çözümlerden biri olacağı beklenmektedir.

Anahtar Kelimeler: Bor Nitrür, Fiziksel Buharlaştırma Yöntemiyle Büyütme

1.Giriş

Türkiye'nin zenginliđi olan borun uç ürünlerinden olan kübik bor nitrürün (c-BN) sanayide yaygın şekilde kullanılmasını sağlamak üzere c-BN kaplamalar ön plana çıkmaktadır. Talaşlı imalatın verimliliđi ve malzeme kesme hızını artırması, sođutucu sıvıların çevresel nedenlerden dolayı en aza indirilmeye çalışılması ve bununla birlikte maliyetin ciddi oranda azalması neticesinde talaşlı imalata talep giderek artmaktadır. Artan bu talep dođrultusunda yüksek sıcaklıđa dayanabilen daha sert ve kesme işlemleri türüne göre şekillenebilecek kesici takım ihtiyacı doğmuştur. Bu ihtiyacı karşılamak amaçlı bor nitrür kaplama teknolojisi geliştirilmiştir. Bor Nitrür, hekzagonal bor nitrür ve kübik bor nitrür olmak üzere iki farklı fazda bulunmaktadır. Hekzagonal bor nitrür (h-BN) düşük sürtünme katsayısına sahip, yalıtkan, ısı iletkenlik ve yağlayıcı özelliđine sahip bir malzemedir. Öte yandan, kübik bor nitrür (c-BN) sahip olduđu üstün mekanik ve kimyasal özelliklerinden dolayı uygun bir kaplama malzemesi olarak kesici uç ve kalıpların kaplama uygulamalarında kullanılmaya başlanmıştır. Yüksek sertlik, düşük sürtünme katsayısı, iyi ısı iletkenlik, yüksek elektrik ve aşınma direnci ve yüksek sıcaklıklarda kimyasal kararlılıđı göze çarpan özellikleri olarak sayılabilir. [1-7] Kübik bor nitrür elmadan sonra bilinen en sert malzemedir. Ayrıca, yüksek sıcaklıklarda oksijen ve demirli malzemelere karşı gösterdiđi kimyasal kararlılıđı, elmasa göre daha üstün bir özelliktir. Bu üstün özelliklerinden dolayı c-BN kaplama günümüzde oldukça geniş çalışma alanlarına sahip olabilecektir. c-BN kaplama işlemlerinde Fiziksel Buharlaştırma Yöntemiyle Büyütme (FBYB) işlemleri kullanılarak magnetron saçtırma tekniđi kullanılmıştır. FBYB saçtırma tekniđi kullanılarak yapılan c-BN kaplamalarda film ve taban malzeme arasında oluşan düşük yapışkanlık ve yüksek basma gerilimleri gibi problemlerin oluşabilme ihtimali vardır. Ancak, yapılan çalışmalarımızda kaplama kalınlığının 1 µm civarında olması durumunda bu problemler görülmemektedir.[8-20]

2. Deneysel

Kaplama yöntemleri arasında, saçtırma tekniđi – bir Fiziksel Buharlaştırma Yöntemiyle Büyütme (FBYB) işlemleri – düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesi, çok ince kaplamalar elde edebilme imkânı, keskin köşelerde ve karmaşık geometriler üzerinde büyütölme yapılabilidiđi için daha çok tercih edilmektedir. Şekil 1. de görölen ve teknolojisi, tasarımı ve imalatı yerli olarak yapılan bu kaplama sistemi ile sanayi kuruluşlarından gelen kesici takımlar, kalıplar ve makine parçaları c-BN ile kaplanmıştır.



Şekil 1. c-BN Kaplama Sistemi

Kaplama işlemlerinde öncelikle tutucu tasarımı yapılmaktadır. Kaplanacak malzemelerin çeşitlerine ve şekillerine en uygun şekilde tutucuların tasarımları gerçekleştirilmektedir. Tasarımlardaki dikkat edilmesi gereken öncelik parçaların homojen kaplanarak kaplamanın en iyi şekilde yapılmasını sağlamaktır.

Temiz bir film tabakası elde edilebilmesi için kaplama öncesi sistemin genel bakım ve detaylı temizliği yapılmaktadır. Tutucular ve parlatma işlemleri tamamlanan parçaların ultrasonik temizleyici ve çeşitli kimyasallar ile temizlenmesinin ardından kaplanacak numuneler tutuculara yerleştirilmektedir. Gerektiğinde parçalar kaplanmadan önce tutucular ön kaplamaya tabi tutulmaktadır. Temizlik işlemlerinin tamamlanmasının ardından sistemdeki hem aksenel hem de gezegen hareketi kabiliyetine sahip olan orbital dönen mil mekanizmasına yerleştirilmektedir. Kaplanacak malzemenin geometrisi ve kaplanacak alan göz önünde bulundurularak hedefleme ya da dönme sistemi ile kaplamaya hazır hale getirilmektedir. Dönme hızı ortalama 25-30 d/d arasındadır.

Kübik Bor Nitrür (c-BN) kaplama saçtırma tekniđi ile sinterlenmiş Hekzagonal Bor Nitrür (h-BN) hedef plakası kullanılarak fiziksel büyütme yöntemi ile yüksek vakum ortamında gerçekleştirilmektedir. Yaklaşık 100x250mm boyutlarında olan hegzagonal bor Nitrür (h-BN) hedef plaka katot olarak kullanılmaktadır. Kaplanacak numunelerin yerleştirilmesinin ardından mekanik pompa ile ortam basıncı 10^{-2} Torr'a kadar düşürülmektedir. Bu esnada sisteme sıcak su verilerek ortamdaki olası su moleküllerinin buharlaştırılması sağlanmaktadır. Basıncın 10^{-2} Torr'a düşmesinin ardından ortama kapalı devre su sistemi ile soğuk su verilerek turbo pompa çalıştırılmaktadır. Basıncın 2×10^{-5} Torr'a düşmesinin ardından ortama Argon gazı verilerek 250 W RF ile plazma temizliği yapılmaktadır. 10 dk süren plazma temizliğinin ardından vakum haznesine Azot gazıda verilerek 700 W magnetron RF'i ile kaplama işlemi başlatılmaktadır. Argon ve Azot gaz oranları 5/1 olacak şekilde ayarlanmaktadır. Sistem içerisinde yer alan iki adet lamba ısıtıcısının önünde bulunan ısılıçift sayesinde sıcaklık ölçüm ve ayarı yapılmakta ve sıcaklık yaklaşık 200°C 'ye çıkarılmaktadır. Kaplama 3 saatte tamamlanmaktadır. Kaplama işlemi sistemin vakumlanması ve plazma temizliği dâhil yaklaşık 5 saat sürmektedir. Kaplama işlemi öncesi ve sonrasında,

Calotest

Macro/Micro Scratch Tester (Makro/Mikro Çizik Testi)

Nanoindentation Tester (Nano sertlik Testi)

Standard Tribometer (Standart Tribometre)

Atomic Force Microscope (Atomik Güç Mikroskobu)

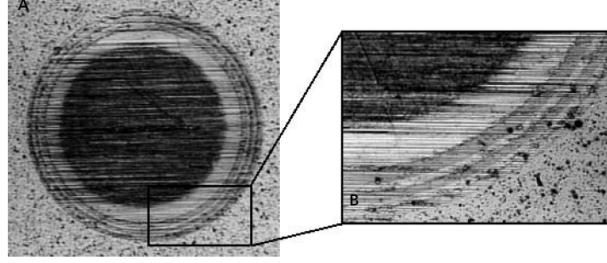
Scanning Electron Microscope (SEM) (Taramalı elektron mikroskobu)

X- ray Diffraction (XRD) (X Işını Kırınım Cihazı) cihazları ile incelemeler yapılmaktadır.

3. Analiz ve Deđerlendirmeler

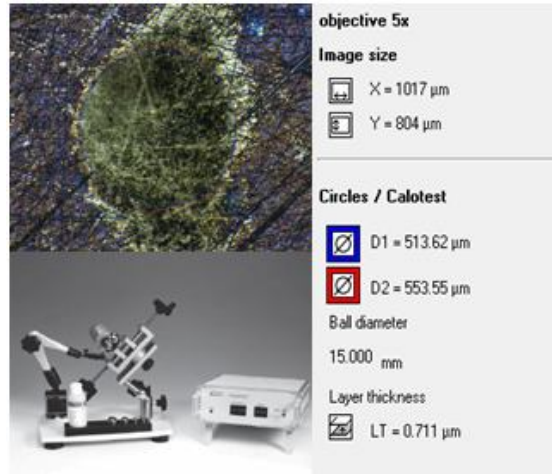
3.1. Kalınlık Ölçümleri

Kaplama kalınlığı calotest cihazı ile ölçülmektedir.



Şekil 2. Calotest aşınma sonucu

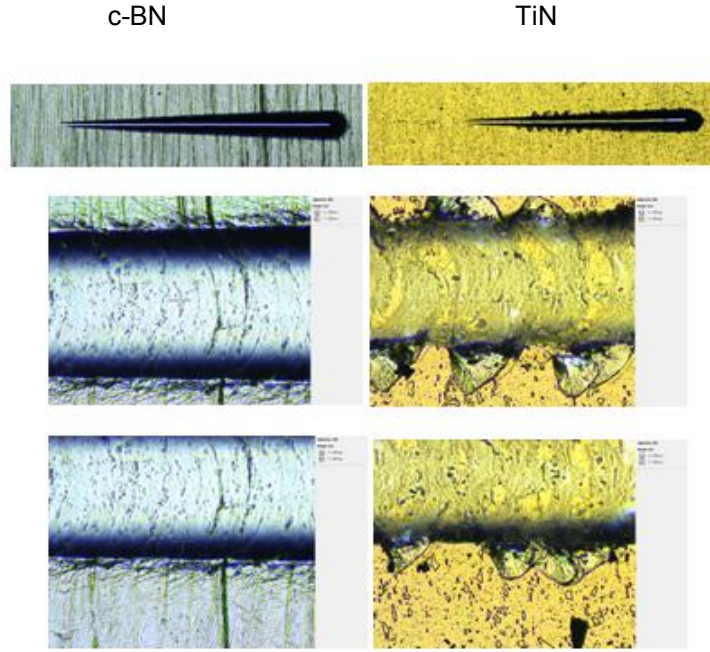
Belirli bir hız ve zaman aralığında aşındırıcı elmas suyu ile yapılan 30mm, 25.4mm, 20mm, 15mm, 10mm çaplarındaki toplardan kaplamaya uygun olan 30mm çapındaki topun 25 dakikada 2000 rpm/min motor hızında dönmesiyle oluşan aşınmanın revetest cihazında incelenmesi sonucunda kaplama kalınlığı 0.7-1µm aralığında olarak hesaplanmıştır.



Şekil 3. Calotest Sonuçları

3.2. Yapışkanlık Ölçümleri

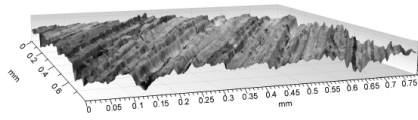
Elde edilen kaplamanın kaplama yüzeyi ile yapışma kalitesi, mikro ve makro çizik testi yapılarak incelenmiştir. Testler 0,5 N'dan başlayıp 150 N'a kadar lineer olarak artan yükleme altında yapılmıştır. 200 µm çapında Rockwell elmas uç aşındırıcı olarak kullanılmıştır. Dakikadaki hızı 6 mm olarak alınmış ve 3 mm uzunluğunda çizilmiştir. Yükleme oranı 299 N/d olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.de de görüldüğü gibi testler c-BN kaplanmış çelikler ile TiN kaplanmış çeliklere uygulanmış ve c-BN kaplamanın yüzeye yapışkanlığının daha iyi olduğu gözlenmiştir.



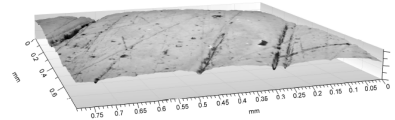
Şekil 4. c-BN ve TiN Kaplı Çeliklerin Çizik Testi Sonuçları

3.3 Yüzey Ölçümleri

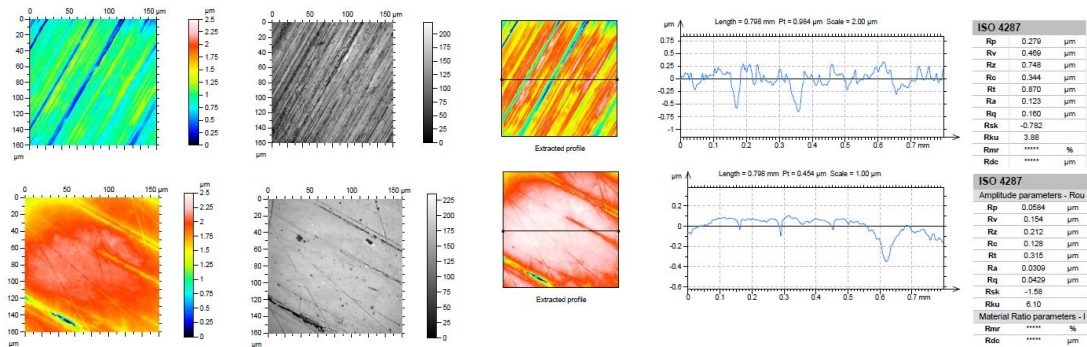
Numune yüzeyleri, kaplama öncesi ve kaplama sonrası AFM ve Confocal mikroskop cihazları ile taranmıştır. Şekil 5.,6. ve 7. de görüldüğü gibi numune yüzeyi kaplama sonrası daha düzgün hale gelmiştir.



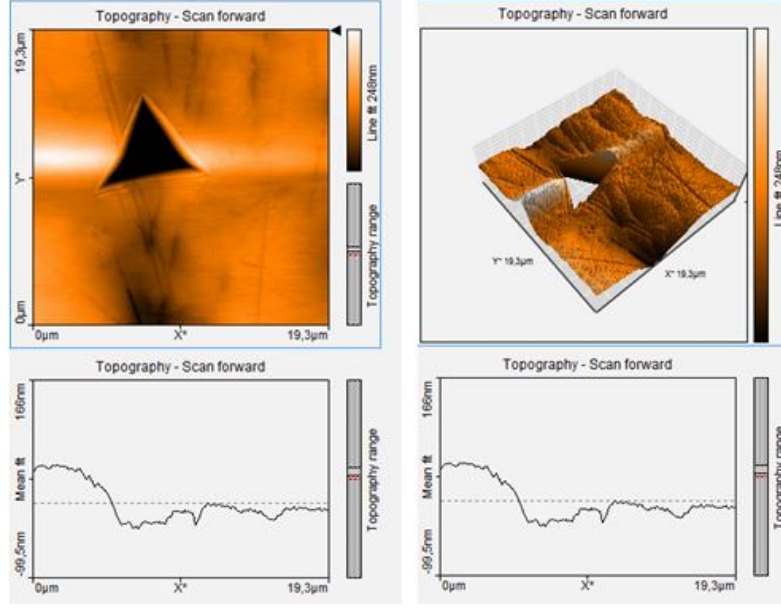
Şekil 5. c-BN Kaplanmamış



Şekil 6. c-BN Kaplanmış

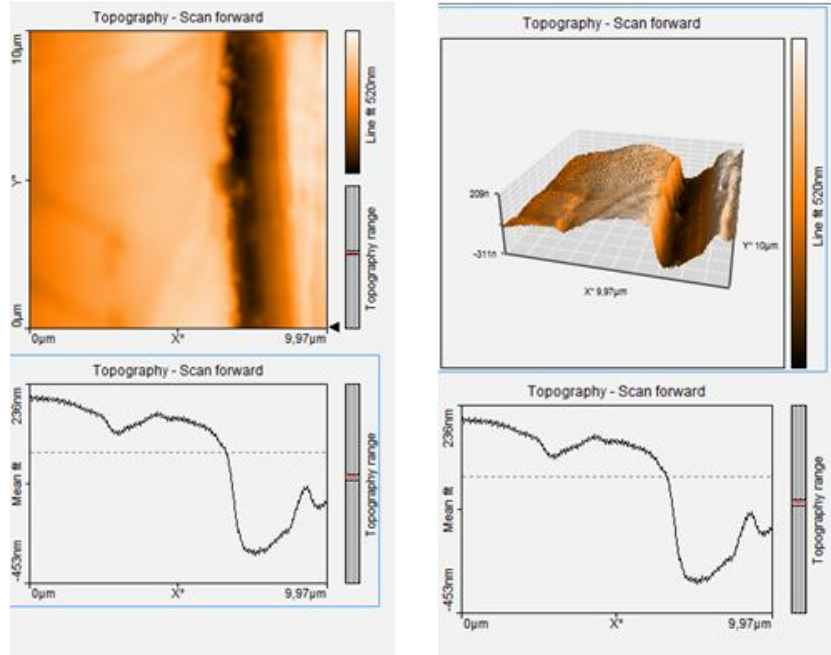


Şekil 7. Confocal mikroskop cihazı sonuçları



Şekil 8. Nano sertlik sonrası AFM görüntüleri

Nano sertlik ile sertlik ölçümleri yapılan numunlerin Şekil 8. görüldüğü gibi yüzey taraması yapılarak 3 boyutlu resimleri alınmış ve kaplamanın sertliği artırdığı gözlenmiştir.



Şekil 9. Mikro ve makro çizik sonrası AFM görüntüleri

Mikro ve makro çizik deneyleri yapılan numunlerin Şekil 9. görüldüğü gibi yüzey taraması yapılarak 3 boyutlu resimleri alınmıştır. Kaplama yapışkanlığının kalitesi ve oluşan çatlakların azlığı AFM yüzey taraması ile incelenmiştir.

4.Sonuç

Yapılan incelemeler sonucu film karakterizasyonu, kübik bor nitrür kaplamanın başarıyla elde edildiđini göstermiştir. Calotest ile 3 saat sonunda kalınlığın yaklaşık 1 µm olduđu anlaşılmıştır. Çizik testiyle yapılan incelemeler sonucunda yapışkanlığın yüksek olduđu ve yüksek kuvvetlerde bile kaplamanın kalkmadığı görülmüştür. Confocal mikroskop cihazı ile kaplamanın yüzeydeki olumlu etkisi 3 boyutlu olarak incelenmiştir. AFM ile yapılan nano sertlik ve çizik testleri sonuçlarının 3 boyutlu yüzey taramaları yapılarak incelenmesi sonucunda c-BN kaplamanın belirli yüklerde kalkmadığı ve çatlakların oluşmadığı sonucuna varılmıştır.

c-BN kaplamalara ve kaplamaların deđişik uygulamalarda performanslarına yönelik çalışmalarımız devam etmektedir.

5.Teşekkür

Yazarlar, Ulusal Bor Araştırma Enstitüsüne (BOREN), Atılım Üniversitesi Metal Şekillendirme Mükemmeliyet Merkezi'ne, BOREN Bor Kaplama Yetkinlik Merkezi'ne teşekkür eder. Bu çalışma, Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü (BOREN) tarafından desteklenen 2011.Ç0286 kodlu proje kapsamında yapılmıştır.

Kaynakça

- [1] Prouch J.-J., Alterovitz S.-A., Synthesis and Properties of Boron Nitride, Materials Science Forum, Vol 54&55 (1990), Trans Tech Publications
- [2] Willa G., Perkins P.-G., Is there a new form of boron nitride with extreme hardness?, Diamond and Related Materials 10 (2001) 2010_2017
- [3] Audronis M., Valiulis A.-V., Silickas P., Recent Developments in the Deposition of c-BN Coatings, ISSN 1392–1320 Materials Science (MEDŽIAGOTYRA), Vol. 10, No. 2. (2004)
- [4] Kimura Y., Wakabayashi T., Okada K., Wada T., Nishikawa H., Boron nitride as a lubricant additive, Wear 232_1999.199–206
- [5] Klages C.-P., Fryda M., Matthke T., Schsfer L., Dimigen H., Diamond and c-BN Coatings for Tools, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials 16 (1998) 171-176
- [6] Neo K.-S., Rahman M., Li X.-P., Khoo H.-H., Sawa M., Maeda Y., Performance evaluation of pure c-BN tools for machining of steel, Journal of Materials Processing Technology 140 (2003) 326–331
- [7] Jin M., Watanabe S., Miyake S., Murakawa M., Trial fabrication and cutting performance of c-BN-coated taps, Surface and Coatings Technology 133-134 (2000) 443-447
- [8] Zhou Z.-F., Bello I., Kremnican V., Fung M.-K., Lai K.-H. , Li K.-Y., Lee C.-S., Lee S.-T., Formation of cubic boron nitride films on nickel substrates, Thin Solid Films 368 (2000) 292-296
- [9] Deng J., Wang B., Tan L., Yan H., Chen G., The growth of cubic boron nitride films by RF reactive sputter, Thin Solid Films 368 (2000) 312-31
- [10] Zhu P. -W., Zhao Y. -N., Wang B., He Z., Li D. -M., Zou G. -T., Prepared Low Stress Cubic Boron Nitride Film by Physical Vapor Deposition, Journal of Solid State Chemistry 2002 167, 420–424
- [11] Ye J., Rothaar U., Oechsner H., Conditions for the formation of cubic boron nitride films by r.f. magnetron sputtering, Surface and Coatings Technology 105 (1998) 159–164

- [12] Tzeng Y., Zhu H., Electron-assisted deposition of cubic boron nitride by r.f. magnetron sputtering, *Diamond and Related Materials* 8 (1999) 1402–1405
- [13] Hu C., Kotake S., Suzuki Y., Senoo M., Boron nitride thin films synthesized by reactive sputtering, *Vacuum* 59 (2000) 748-754
- [14] Zhao Y.-N., Wang B., Yu S., Tao Y.C., He Z., Li D.M., Zou G.T., Preparation of c-BN films by RF sputtering and the relation of BN phase formation to the substrate bias and temperature, *Thin Solid Films* 320 (1998) 220-222
- [15] Jiang L., Fitzgerald A.-G., Rose M.J., Lousa A., Gimeno S., Formation of cubic boron nitride by r.f. magnetron sputtering, *Surface Interface Analysis* 2002 , 34, 732-734
- [16] Yang T.-S., Tsai T.-H., Lee C.-H., Cheng C.-L., Wong M.-S., Deposition of carbon-containing cubic boron nitride films by pulsed-DC magnetron sputtering, *Thin Solid Films* 398-399 (2001) 285-290
- [17] Bewilogua K., Keunecke M., Weigel K., Wiemann E., Growth and characterization of thick cBN coatings on silicon and tool substrates, *Thin Solid Films* 469–470 (2004) 86–91
- [18] Bello I., Chan C.-Y., Zhang W.-J., Chong Y.-M., Leung K.-M., Lee S.-T., Lifshitz Y., Deposition of thick cubic boron nitride films: The route to practical applications”, *Diamond & Related Materials* 14 , (2005) 1154– 1162
- [19] Bello I., Chong Y.-M., Leung K.-M., Chan C.-Y., Ma K.-L., Zhang W.-J., Lee S.-T., Layyous A., Cubic boron nitride films for industrial applications, *Diamond & Related Materials* 14 (2005) 1784 – 1790
- [20] Yamamoto K., Keunecke M., Bewilogua K., Deposition of well adhering cBN films up to 2 mm thickness by B-C-N gradient layer system, *Thin Solid Films* 377-378 (2000)331-339
- [21] Keunecke M., Bewilogua K., Wiemann E., Weigel K., Wittorf R., Thomsen H., Boron containing combination tool coatings-characterization and application tests, *Thin Solid Films* 494 (2006) 58-62