

D2 Takım Çelik Üzerine Kaplanmış TiN Filmin Adezyon ve Yorulma Özelliklerinin Belirlenmesi

Ayşenur Keleş^{1*} 

¹Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü

Geliş / Received: 01/11/2019, Kabul / Accepted: 30/02/2020

Öz

Takım malzemesinin işlenebilirliği o malzemenin çalışma ömrüne bağlıdır. Bu sebeple endüstride takım ömrünü artırmak için birçok işlem yapılmaktadır. Bunlardan en yaygın olanı malzemenin yüzeyini sert filmle kaplama işlemidir. Kaplanan filmin takım çeliğinin ömrünü artırabilmesi için taban malzeme ve film arasındaki adezyonun yüksek olması gerekmektedir. Sıçratma işlemi ile yapılan ince film kaplamalar, aşınma ve korozyon direncindeki gelişme, yüzey kalitesinin artırılması, fonksiyonel özelliklerin zenginleştirilmesi ve kullanım ömrünün artması gibi üstün nitelikleri nedeniyle birçok endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu çalışmada, D2 takım çeliğinin çalışma ömrünü artırmak için kaplanan TiN filmin adezyon ve yorulma ömrü incelenmiştir. TiN filmi 400°C taban malzeme sıcaklığında D2 takım çeliğinin üzerine sıçratma tekniği ile kaplanmıştır. Yapılan testler sonucu D2 çeliğine kaplanan TiN filminin ömrünün 1000 çevrimden daha fazla olduğu belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: TiN, takım çeliği, adezyon, yorulma

Determination of Adhesion and Fatigue Properties of TiN Film Coated on D2 Tool Steel

Abstract

The machinability of the tool material depends on the working life. For this reason, many processes are performed in the industry to increase tool life. The most common of these is the surface coating process on the material with hard film. In order for the coated film to increase the life of the tool steel, the adhesion between the substrate and the film must be high level. Sputtering are widely used in many industries due to their superior qualities such as improved wear and corrosion resistance, improved surface quality, enhanced functional properties, and increased service life. In this study, the adhesion and fatigue life of TiN film coated to increase the working life of D2 tool steel was investigated. The TiN film was sputtered on tool steel D2 at 400 ° C substrate temperature. As a result of the tests, the life of TiN film coated on D2 steel was determined to be more than 1000 cycles.

Keywords: TiN, tool steel, adhesion, fatigue

1. Giriş

Titanyum Nitrür (TiN) NaCl kaya tuzu kristal yapısı gösteren, düşük yoğunluğa ve yüksek erime noktasına sahip refrakter bir bileşiktir. Takım çelikleri için bir kaplama olarak TiN yaygın olarak kullanılmaktadır ve takım

endüstrisinde büyük ilgi görmektedir (Zhang & Zhu, 1993). Bunun en önemli sebepleri, iyi adezyon, yüksek kimyasal dayanım, yüksek sıcaklıklara direnç, yüksek sertlik ve düşük sürtünme katsayısına (μ) sahip olmasıdır (Durusoy, Duyar, Aydınli, & Ay, 2003). TiN filmler yaygın olarak fiziksel buhar biriktirme

(FBB) yöntemiyle, bu FBB yönteminden ise en yaygın sıçratma yöntemiyle kaplanmaktadır (Azadi, Sabour Rouhaghdam, & Ahangaranic, 2016; Bhaduri, Ghosh, Gangopadhyay, & Paul, 2010; Zhang & Zhu, 1993).

Herhangi bir film biriktirme işleminde en önemli kaplama değişkenlerinden biri taban malzeme sıcaklığıdır. Taban malzeme sıcaklığını kontrol etme kabiliyeti, biriktirme oranı, mikroyapı ve üretilen kaplamanın özellikleri üzerinde büyük etkiye sahip olabilmektedir (Ghobadi, Ganji, Luna, Arman, & Ahmadpourian, 2015; Patsalas, Charitidis, & Logothetidis, 2000). Taban malzeme sıcaklığına göre en önemli nokta, elde edilen sonuçta ortaya çıkan mikroyapı ile doğrudan korelasyon göstermesidir. Örneğin, eğer taban malzeme oda sıcaklığındaysa, elde edilen mikroyapı biriktirme için kullanılan taban malzeme ile uyumlu olacaktır. Thornton tarafından önerilen Yapı Bölge Modeline (SZM) göre, yüzey atomlarının hareketliliği taban malzeme sıcaklığında artış olduğunda artar, bu da Bölge T'nin (geçiş bölgesi) oluşumuna yol açar. Biriktirme sırasındaki sıcaklığın artmasıyla, bölge 1, bölge T, bölge 2 ve bölge 3 gibi bölgelerin oluşumuna yol açar. Bu nedenle, genel olarak sıçratma işlemi sırasında, taban malzeme yüzeyindeki kimyasal reaksiyon ve yüzey atomunun hareketliliği taban malzeme sıcaklığından etkilenebilir. İnce film kaplama esnasında taban malzemeye yüksek sıcaklık kullanmanın avantajlarından biri, kaplamada üretilen kalıcı iç gerilmenin minimuma indirilmiş olmasıdır. Ayrıca, taban malzeme sıcaklığı, kaplama oranını önemli ölçüde etkilemektedir (Ohring, 2001; Thornton, 1988).

Tanecik yapısı, küçük boyutlu tanecikler daha yuvarlatılmış hale geldiğinden, tane

boyutunda gözlenen yüksek sıcaklık nedeniyle büyük ölçüde modifiye edilir. İnce filmin yüksek taban malzeme sıcaklığına sahip pürüzlülüğü, kullanılan tane boyutu elemanının yapısına bağlı olarak artabilir veya azalabilir. Kaya, S. ve arkadaşları, taban malzeme sıcaklığı değiştirildiğinde, yüzey pürüzlülüğü değeri, iletkenlik ve tane sınırının değiştiğini açıklamışlardır (Kaya, Yılmaz, Karacali, Cetinkaya, & Aktag, 2015). X.-Y. Li ve ark., ince film biriktirme sırasında ortaya çıkan kalıcı iç gerilmenin taban malzeme sıcaklığındaki artış nedeniyle hızla azaldığını öne sürmektedir. Kaplanan tanelerin büyüme hızı ve ad atom hareketliliği, taban malzeme sıcaklığındaki artışa bağlı olarak artar. Ad atom hareketliliğindeki bu artış, biriktirilmiş filmlerin yüzey pürüzlülüğü özelliğini azaltır. Genel olarak, sıçratma işleminde daha iyi kristal elde etmek için, biriken atomların çok yüksek enerjiye sahip olmaları beklenir, bu önkoşul, yüksek taban malzeme sıcaklığının kullanımı ile yerine getirilir (Li et al., 2009). Sun ve arkadaşlarına göre, taban malzeme sıcaklığı arttıkça, atom hareketliliğinde artış ve yapısal kusurlarda azalma ile sonuçlanacaktır (Sun et al., 2019). Ayrıca, sıçratma işleminde taban malzeme sıcaklığı arttıkça, daha düşük kusurlu ve daha yoğun filmler biriktirilir. İnce filmin direnci, başlangıçta taban malzeme sıcaklığı arttıkça düşer, ancak sıcaklık daha da arttığında, direnç arttırılır. Literatür çalışmaları incelendiğinde, malzemelerin adezyon değerlerinin ise 400-500 °C taban malzeme sıcaklığına kadar önemli oranda arttığı fakat sonrasında azalma meydana geldiği gözlemlenmiştir.

Bu sebeple bu çalışmada takım malzemelerinin ömrünü artıran TiN film, 400°C taban malzeme sıcaklığında manyetik alanda sıçratma yöntemiyle D2 takım çeliği üzerine kaplandı. Kaplanan filmin

mikroyapısal özelliği ve film kalınlığı SEM cihazı, kristalografik yönlenmesi XRD ile ve adezyon ve yorulma özellikleri ise sırasıyla çizik ve çoklu çizik testi ile gerçekleştirildi.

Materyal ve Metot

Takım malzemelerinin yorulma ömrünü belirlemek için taban malzeme olarak yüksek karbon ve krom içeren, ısıl işlem sırasında ise herhangi distorsiyona uğramayan ve takım aletlerinde yaygın kullanılan D2 takım çeliği seçildi. D2 takım çeliğinin kimyasal kompozisyonu Tablo 1’de verilmiştir. Taban malzemeye kaplama öncesi herhangi bir işlem yapılmamıştır. D2 takım çeliğinin ömrünü artırmak için kaplanan TiN film manyetik alanda sıçratma tekniği ile kaplandı. Kaplama anında bir adet Ti (%99,99 saflıkta) hedef kullanıldı. Kaplamada iyonizasyonu sağlamak için Ar gazı, nitrür fazı elde edebilmek içinde N₂ gazı kullanıldı. Kaplama öncesi taban malzeme ile film arasındaki adezyonu iyileştirmek ve kontaminasyonu azaltmak için taban malzemelere iyon temizleme yapıldı. İyon temizleme -850V taban malzeme gerilimde 0.26Pa çalışma basıncı altında 30dk süre ile yapıldı. Kaplama parametreleri ise literatür araştırma sonucu belirlendi. Bu sebeple, taban malzeme sıcaklığı 400°C, 70W taban malzeme gücü altında, proses basıncı 0,3Pa ve kaplama süresi 90dk olarak seçildi.

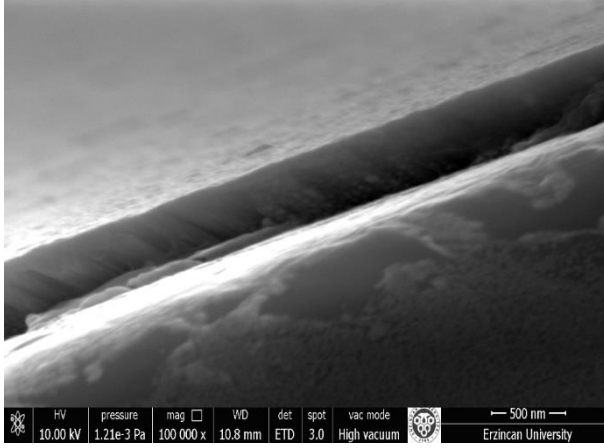
Tablo 1. D2 takım çeliğinin kimyasal kompozisyonu

Elementler	% wt
C	1,55
Cr	12,0
Mo	0,80
V	0,90
Mn	0,35
Si	0,25
Fe	Denge

TiN filmin yapı bölge modelini ve film kalınlığını belirlemek için SEM cihazı (FEI Quanta FEG-450 SEM-EDS) kullanıldı. TiN filmin kristalografik yönlenmesi XRD cihazı Cu-K α radyasyon kaynağı kullanılarak belirlendi. Taban malzeme ile film arasındaki kritik yük (adezyon özelliği) değerini belirlemek için çizik testi yapıldı. Çizik testi, Revetester CSM Instruments çizik test cihazı kullanılarak Rockwell C elmas kalemi (120 ° koni, 200 mikron yarıçaplı küresel uç) ile yapıldı. Kritik kaplama yükü, 10 mm / dakikalık bir kayma hızı ve 100 N / dakikalık bir yükleme hızı altında belirlendi. Ayrıca, çizik testi sonrası kritik yük değerini ve hasar türlerini belirlemek için optik mikroskop kullanıldı. Filmlerin yorulma ömrünü belirlemek için çoklu çizik testi, Revetest Scratch Tester ile kuru atmosfer koşullarında gerçekleştirildi. Kaplamaları çizmek için Rockwell C uç kullanıldı. Çizilme uzunluğu 3 mm çizik boyunda, yarı kritik yük değeri olan 25N altında ve 500, 750 ve 1000 cycle değerlerinde iki yönlü yük (hem ileri hem geri hareketi) kullanılarak uygulandı.

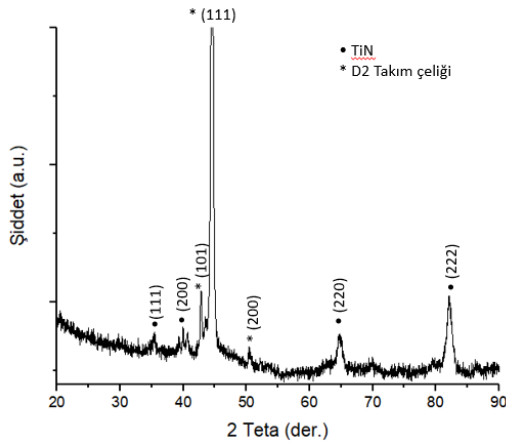
Bulgular

D2 takım çeliği üzerine kaplanan TiN filmin SEM görüntüsü Şekil 1’de verilmiştir. Kaplanan TiN filmin film kalınlığı 450nm olarak ölçülmüştür. 400°C taban malzeme sıcaklığında kaplanan TiN filmi Yapı Bölge Modeline (SZM) göre Bölge 3 yapısı (tamamen yoğun) göstermektedir (Thornton, 1988).



Şekil 1. TiN filmin SEM görüntüsü

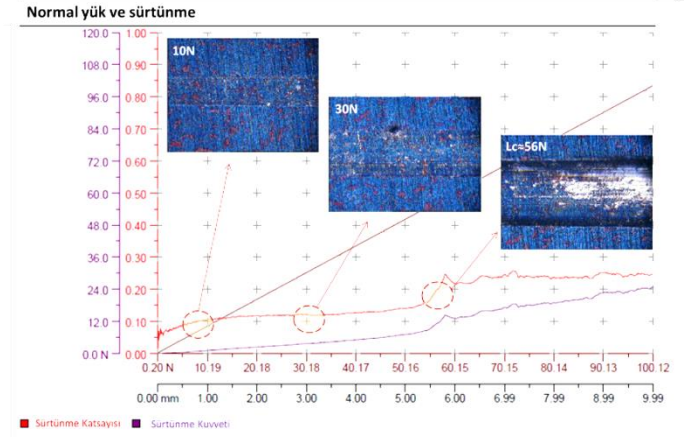
D2 takım çeliği üzerine kaplanan TiN filmin XRD grafiği Şekil 2’de verilmiştir. $2\theta \approx 35^\circ$ ’de TiN (111) fazı, $2\theta \approx 40^\circ$ ’de TiN (200) fazı, $2\theta \approx 64,8^\circ$ ’de TiN (220) fazı ve $2\theta \approx 82^\circ$ ’de ise TiN (222) fazı belirlenmiştir (Carbonari & Martinelli, 2001; Kim et al., 2009). XRD pikleri, TiN filmin NaCl tipinde kübik yapı sergileyen (111) ve (222) olmak üzere iki güçlü faza sahip tercihli oryantasyonunu göstermiştir (Samani et al., 2015).



Şekil 2. TiN filmin XRD grafiği

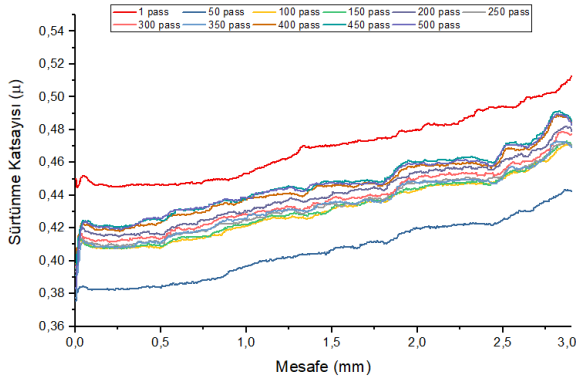
TiN filminden çizik testi sonucu elde edilen Normal yük- sürtünme grafiği Şekil 3’de verilmiştir. Yapılan çizik testi sonucu TiN filmin kritik yük değeri 56 N olarak belirlenmiştir. Optik mikroskop ile çizik üzerinden alınan görüntülerde ayrıca Şekil

3’de görülmektedir. Optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde 30 N’a kadar film üzerinde herhangi bir hasar gözlemlenmemiştir. 30 N yükten sonra film üzerinde adeziv hasar meydana gelmiştir.

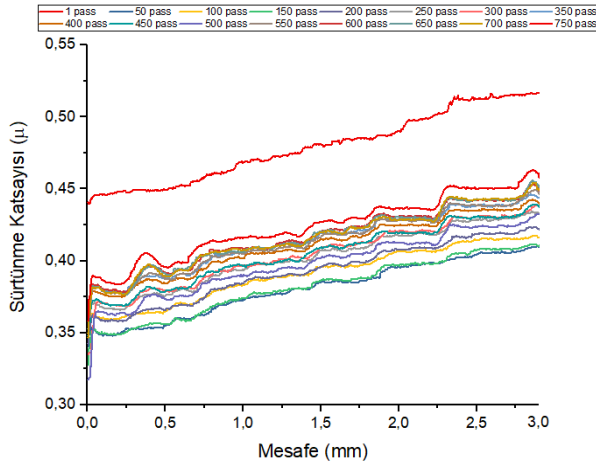


Şekil 3. TiN filmine ait çizik testi sonucu elde edilen Normal yük- sürtünme grafiği

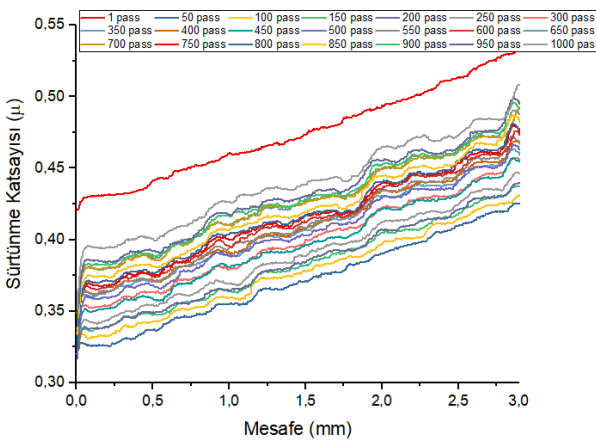
TiN filmin yorulma ömrünü belirlemek için yapılan çoklu çizik testleri sonucu elde edilen sürtünme katsayısı (μ)-mesafe grafikleri Şekil 4-Şekil 6 arasında verilmiştir. Sürtünme katsayısı (μ)-mesafe grafikleri incelendiğinde artan çevrim sayısı ile yüzey pürüzlülüğünün azalmasından dolayı sürtünme katsayısı (μ) değerlerinde önemli oranda azalma meydana gelmiştir. 500, 750 ve 1000 çevrimlik çoklu çizik testi sonucu elde edilen ortalama sürtünme katsayısı (μ) değerleri sırasıyla 0,43, 0,4 ve 0,38 olarak elde edilmiştir. Sürtünme katsayısı (μ) değerleri her çevrimin ilk geçişinde (pass) en yüksek değeri sergilemiştir. Bunun sebebi ilk geçişte meydana gelen plastik deformasyondur (Efeoglu & Arnell, 2000). Artan geçiş sayısı ile birlikte sürtünme katsayısı (μ) değerleri azalma göstermiştir. Artan geçiş sayısı ile film yüzeyinde meydana gelen yüzey pürüzlülüklerinin giderilmesi sonucu sürtünme katsayısının (μ) düştüğü belirtilmiştir.



Şekil 4. TiN filminin 500 çevrimlik çoklu çizik testine ait sürtünme katsayısı (μ)-mesafe grafiği

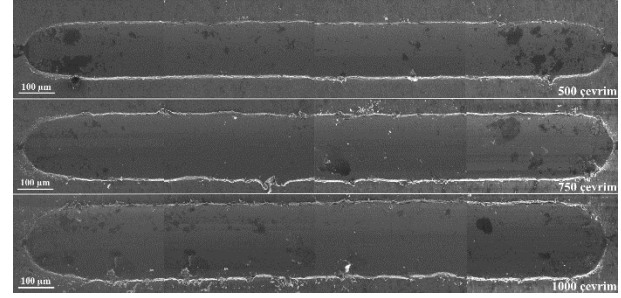


Şekil 5. TiN filminin 750 çevrimlik çoklu çizik testine ait sürtünme katsayısı (μ)-mesafe grafiği



Şekil 6. TiN filminin 1000 çevrimlik çoklu çizik testine ait sürtünme katsayısı (μ)-mesafe grafiği

TiN filminin 500, 750 ve 1000 çevrimlik çoklu çizik testlerinin SEM görüntüleri Şekil 7'de verilmiştir. Artan çevrim sayısı ile çizik kenarlarındaki adeziv kırılma artmıştır. Ayrıca artan çevrim ile çizik genişliğinde artış gözlemlenmiştir.



Şekil 7. TiN filminin 500, 750 ve 1000 çevrimlik çoklu çizik test görüntüleri

Çoklu çizik sonucu oluşan çiziklerin elementel oranı Tablo 2'de verilmiştir. Çevrim sayısı arttıkça taban malzemenin içeriğinde olan Fe oranı artmıştır. Bununla birlikte filmin içeriğinde olan Ti ve N elementlerinin miktarında ise azalma meydana gelmiştir. Ayrıca atmosfer altında yapılan deney sonucunda filmin çizilmesi ile taban malzemeye yaklaştıkça Fe elementinin oksijene karşı düşük afinitesinden dolayı O elementinin miktarında artma meydana gelmiştir (Baran, Sukuroglu, Efeoglu, & Totik, 2016).

Tablo 2. Çoklu çizik sonucu oluşan çiziklerin elementel oranı

	N	Ti	Cr	Fe	O
500 çevrim	7,5	0,32	10,6	75,08	6,5
750 çevrim	6,91	0,26	10,53	75,73	6,57
1000 çevrim	6,35	0,23	10,27	77,44	5,7

Sonuç ve Tartışma

400°C taban sıcaklığı altında kaplanan TiN filmi ile ilgili sonuçlar aşağıdaki gibidir:

- TiN filmi SZM yapı modeline Bölge 3 (tamamen yoğun) yapı göstermiştir.
- TiN film NaCl tipinde kübik yapı sergileyen (111) ve (222) kristal fazları ile tercihli büyüme göstermiştir.
- Çizik testi sonucu TiN filmin 30N'a kadar herhangi hasara uğramadığı ve 56N'dan sonra filmin koptuğu gözlemlenmiştir.
- Yapılan çoklu çizik testinden sonra TiN filmlerin ömrünün 1000 çevrimden daha fazla olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca çizikler sonucu filmde sadece adeziv hasarların meydana geldiği ve büyük hasarların meydana gelmediği görülmüştür.

Teşekkür

Bu çalışmadaki destek ve yardımları için Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Prof. Dr. İhsan Efeoğlu'na ve Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Doç. Dr. Özlem Baran'a teşekkür ederim.

Referanslar

Azadi, M., Sabour Rouhaghdam, A., & Ahangaric, S. (2016). A Review on Titanium Nitride and Titanium Carbide Single and Multilayer Coatings Deposited by Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition. *International Journal of Engineering*, 29(5),

677-687.

doi:10.5829/idosi.ije.2016.29.05b.12

Baran, Ö., Sukuroglu, E. E., Efeoglu, İ., & Totik, Y. (2016). The investigation of adhesion and fatigue properties of TiN/TaN multilayer coatings. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 30(20), 2188-2200. doi:10.1080/01694243.2016.1176662

Bhaduri, D., Ghosh, A., Gangopadhyay, S., & Paul, S. (2010). Effect of target frequency, bias voltage and bias frequency on microstructure and mechanical properties of pulsed DC CFUBM sputtered TiN coating. *Surface & Coatings Technology*, 204(21-22), 3684-3697.

doi:10.1016/j.surfcoat.2010.04.047

Carbonari, M. J., & Martinelli, J. R. (2001). Effects of Hot Isostatic Pressure on Titanium Nitride Films Deposited by Physical Vapor Deposition. *Materials Research*, 4(3), 163-168.

Durusoy, H. Z., Duyar, Ö., Aydınli, A., & Ay, F. (2003). Influence of substrate temperature and bias voltage on the optical transmittance of TiN films. *Vacuum*, 70(1), 21-28. doi:10.1016/s0042-207x(02)00663-2

Efeoglu, I., & Arnell, R. D. (2000). Multi-pass sub-critical load testing of titanium nitride coatings. *Thin Solid Films*, 377, 346-353. doi:10.1016/s0040-6090(00)01309-2

Ghobadi, N., Ganji, M., Luna, C., Arman, A., & Ahmadpourian, A. (2015). Effects of substrate temperature on the properties of sputtered TiN thin films. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 27(3), 2800-2808. doi:10.1007/s10854-015-4093-x

Kaya, S., Yilmaz, E., Karacali, H., Cetinkaya, A. O., & Aktag, A. (2015). Samarium oxide thin films deposited by reactive sputtering: Effects of sputtering power and substrate temperature on microstructure, morphology and electrical properties. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 33, 42-48. doi:10.1016/j.mssp.2015.01.035

- Kim, S. H., Park, H., Lee, K. H., Jee, S. H., Kim, D. J., Yoon, Y. S., & Chae, H. B. (2009). Structure and mechanical properties of titanium nitride thin films grown by reactive pulsed laser deposition. *Journal of Ceramic Processing Research*, 10(1), 49-53. Retrieved from <Go to ISI>://WOS:000264403500010
- Li, X. Y., Li, H. J., Wang, Z. J., Xia, H., Xiong, Z. Y., Wang, J. X., & Yang, B. C. (2009). Effect of substrate temperature on the structural and optical properties of ZnO and Al-doped ZnO thin films prepared by dc magnetron sputtering. *Optics Communications*, 282(2), 247-252. doi:10.1016/j.optcom.2008.10.003
- Ohring, M. (2001). *Materials science of thin films* (Second ed. ed.): Academic press.
- Patsalas, p., Charitidis, C., & Logothetidis, S. (2000). The effect of substrate temperature and biasing on the mechanical properties and structure of sputtered titanium nitride thin films. *Surface and Coatings Technology*, 125, 335-340.
- Samani, M. K., Ding, X. Z., Khosravian, N., Amin-Ahmadi, B., Yi, Y., Chen, G., . . . Tay, B. K. (2015). Thermal conductivity of titanium nitride/titanium aluminum nitride multilayer coatings deposited by lateral rotating cathode arc. *Thin Solid Films*, 578, 133-138. doi:10.1016/j.tsf.2015.02.032
- Sun, N., Zhou, D., Shi, S., Liu, W., Zhao, X., Liu, F., . . . Ali, F. (2019). DC substrate bias enables preparation of superior-performance TiN electrode films over a wide process window. *Materials Research Bulletin*, 119. doi:10.1016/j.materresbull.2019.110575
- Thornton, J. A. (1988). *Structure-Zone Models Of Thin Films* (Vol. 0821): SPIE.
- Zhang, S. Y., & Zhu, W. G. (1993). TIN COATING OF TOOL STEELS - A REVIEW. *Journal of Materials Processing Technology*, 39(1-2), 165-177. doi:10.1016/0924-0136(93)90016-y