

## MECHANICAL PROPERTIES ENHANCEMENT OF CUBIC BORON NITRIDE BY USING A B<sub>4</sub>C/BCN MULTILAYER COATING SYSTEM

G. Bejarano<sup>1</sup>, J. C. Caicedo<sup>1</sup>, P. Prieto<sup>2</sup>, A.G. Balogh<sup>3</sup>,

<sup>1</sup>*Laboratorio de Recubrimientos Duros del CDT-ASTIN SENA, Cali, Colombia*

<sup>2</sup>*Departamento de Física, Universidad del Valle, Programa Centro de Excelencia en Nuevos Materiales CENM, Cali, Colombia*

<sup>3</sup>*Institute for Material Science, Darmstadt University of Technology, Germany*

(Recibido 14 de Sep.2005; Aceptado 16 de Mar. 2006; Publicado 16 de Jun. 2006)

### RESUMEN

Multicapas de B<sub>4</sub>C/BCN/c-BN fueron depositadas sobre sustratos de acero rápido AISI M2 mediante la técnica del r.f. (13.56 MHz) magnetron sputtering multi-blanco, utilizando blancos de B<sub>4</sub>C (99.5%) y de h-BN (99.9%) y una mezcla de gas Ar (90%) y N<sub>2</sub> (10%). Los recubrimientos se depositaron a una temperatura de 300°C y a densidad de potencia de 7 W/cm<sup>2</sup>. Para la deposición del B<sub>4</sub>C se varió el Bias del sustrato entre -50 V y -150 V, y para los recubrimientos de BCN el flujo del N<sub>2</sub> de 2% hasta 12%. Para mejorar la adherencia al sustrato, se depositó para todas las películas, una monocapa de TiN de aproximadamente 300 nm de espesor. Propiedades mecánicas y tribológicas como la dureza, el módulo de Young y la adherencia, fueron determinadas por mediciones de nanoindentación y rayado. Las pruebas de mecanizado mediante el torneado de barras de acero con burles recubiertos con 5, 12 y 16 bicapas arrojaron un incremento del desempeño de éstas de aproximadamente 64% con respecto a las herramientas sin recubrimiento.

**Palabras Claves:** Recubrimientos duros, Nitruro de Boro, Multicapas

### ABSTRACT

Multilayer of B<sub>4</sub>C / BCN /c-BN were deposited on to high speed steel substrates AISI M2 by r.f. (13.56 MHz) multi-target magnetron sputtering from high purity (99.99 %) h-BN and a (99.5%) B<sub>4</sub>C targets, in an Ar (90%) / N<sub>2</sub> (10%) gas mixture. Films were deposited at 300 °C, with r.f power density of 7 W/cm<sup>2</sup>. For their deposition we varied the bias voltage of the B<sub>4</sub>C films between -50 and -150 V and for the BCN coatings the nitrogen gas flow from 2% to 12%. A 300-nm thick TiN buffer layer was first deposited to improve the adhesion of all samples. Mechanical properties like hardness, elastic Young Modulus, and adhesion were determined by Nanoindentation and Scratch measurements. Machining test by turning of low alloyed steel bars with burins coated with 16 bilayers, enabled an increment of tools performance of 67% compared with uncoated tools.

**Keywords:** Hard Coatings, Boron Nitride, Multilayers.

### 1. Introducción

El nitruro de boro cúbico tiene una gran variedad de atractivas propiedades mecánicas, térmicas, eléctricas y ópticas. El c-BN posee una dureza cercana a los 45 GPa y es el segundo material más duro después del diamante, lo cual lo hace un candidato natural para aplicaciones en recubrimientos duros y protectores, sobre todo en herramientas de corte de alta velocidad [1]. La deposición de películas delgadas de c-BN va siempre acompañadas de métodos asistidos por

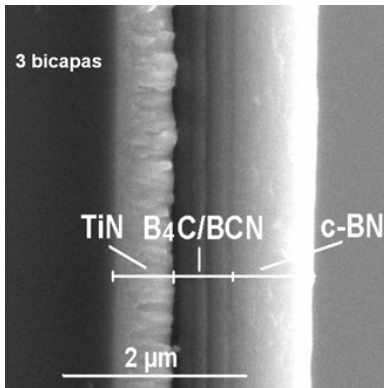
bombardeo iónico, que facilitan la nucleación de la fase cúbica de BN, pero al mismo tiempo inducen un alto nivel de tensiones compresivas en el recubrimiento, que conllevan a su delaminación, limitando su espesor hasta aproximadamente 100 nm y con ello dificultan su aplicación tecnológica [2]. Numerosos trabajos se han enfocado en la reducción de las tensiones inducidas y/o en el incremento de la adherencia [3], [4]. El objetivo principal de este trabajo consistió en el incremento de la adherencia y de las propiedades mecánicas del c-BN sobre acero rápido AISI M2, utilizando un proceso multipasos, mediante la aplicación de una película de B<sub>4</sub>C y una capa gradiente de BCN, así como multicapas de estos dos componentes.

## 2. Experimental

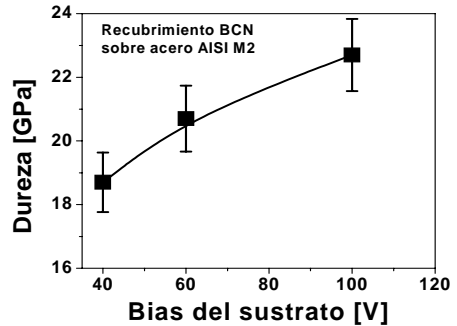
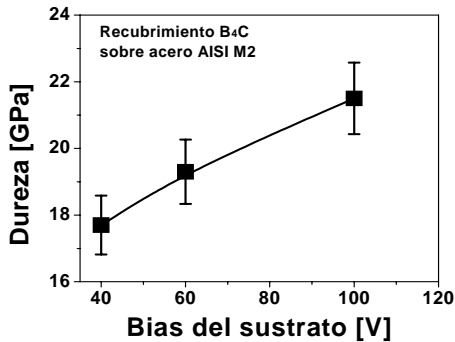
Las películas de c-BN, así como las multicapas de B<sub>4</sub>C/BCN/c-BN fueron depositadas mediante la técnica del r.f. (13.56 MHz) magnetron sputtering multi-blanco, utilizando blancos de B<sub>4</sub>C (99.5%) y de h-BN (99.9%), una mezcla de gas Ar (90%) y N<sub>2</sub> (10%) y presión de  $6.7 \times 10^{-1}$  Pa. Detalles sobre el diseño experimental, equipamiento utilizado, así como sobre los parámetros de deposición y la caracterización química, microestructural y morfológica pueden ser consultados en [5], [6]. El sistema de multicapas utilizado consistió en la deposición de una primera capa adherente de TiN, seguida de una capa de B<sub>4</sub>C y posteriormente de un gradiente composicional de BCN con espesores de 300 nm, 170 nm y 70 nm respectivamente. Finalmente se depositó la película de c-BN con un promedio de 4.5 micras de espesor, utilizando 5, 12 y 16 bicapas de B<sub>4</sub>C/BCN para un espesor total promedio del recubrimiento multicapa de 8 micras. Después de la caracterización mecánica de las muestras se procedió a recubrir buriles de acero rápido AISI M2 con 5, 10 y 16 bicapas y se efectuaron diferentes pruebas de mecanizado por el proceso de torneado de barras de acero de media aleación AISI 8620, lográndose un incremento del desempeño de éstas de aproximadamente 67%.

## Resultados y discusión

En la figura 1 se observa la imagen SEM de una de las muestras de silicio recubiertas con un sistema multitapa de 3 bicapas. En ella se aprecia la primera monocapa de TiN con una estructura columnar y un espesor de aproximadamente 300 nm, seguida de las 3 bicapas de B<sub>4</sub>C/BCN con espesor de alrededor 400 nm y una estructura aparentemente amorfa. Finalmente se observa en esta micrografía la capa superior de c-BN de apariencia amorfa y con un espesor de aproximadamente 1 micra. Tanto las monocapas como las bicapas presenta interfases bien definidas y una estructura densa y homogénea. En la figura 2 se aprecia la dureza de las muestras de acero recubiertas con B<sub>4</sub>C y BCN en función del bias aplicado al sustrato. En ambos casos se observa un incremento de la dureza con el aumento del bias. En el caso del B<sub>4</sub>C la dureza se incrementa de 17.7 GPa para un bias de -40 V a 21.6 GPa para un bias de -100 V. De igual manera, la dureza del BCN pasa de 18.7 GPa a 22.5 GPa, cuando el bias se incrementa de -40 V hasta -100 V respectivamente. Esto se debe principalmente a una mayor activación de la superficie del sustrato por un incremento del bombardeo iónico, que genera un elevado número de sitios de nucleación y por consiguiente conduce a estructuras más finas. Además el incremento del bias conlleva a un mejoramiento de la densidad del recubrimiento, contribuyendo a elevar su dureza [7].



**Figura No.1.** Imagen SEM de la sección transversal de una muestra de silicio recubierta con 3 bicapas de B<sub>4</sub>C/BCN y sobre éstas el recubrimiento de c-BN.



a)

b)

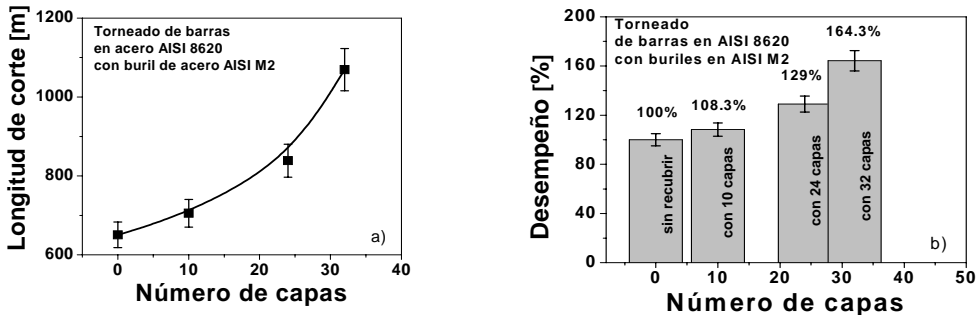
**Figura No.2.** Dureza de las muestras de acero en función del bias aplicado al sustrato a) para los recubrimientos de B<sub>4</sub>C y b) para las películas de BCN

La figura 3 muestra los resultados de las pruebas de torneado de una barra de acero tipo maquinaria AISI 8620 con dureza de 290 HB (Brinell) y la siguiente composición química:

0.23% C, 0.82% Mn, 0.31% Si, 0.56% Cr, 0.67% Ni y 0.23% Mo.

La herramienta utilizada fue un buril de acero rápido AISI M2 de 10x10x100 mm y con los siguientes parámetros de corte:

Velocidad de corte V<sub>c</sub>: 80 m/min., profundidad de corte a<sub>c</sub>: 2 mm y avance f<sub>c</sub>: 0.2 mm. Puede apreciarse un incremento del desempeño de la herramienta recubierta con 16 bicapas de aproximadamente 67% con respecto a la herramienta sin recubrir.



**Figure No.3.** a) Longitud lineal de corte y b) desempeño de los buriles sin recubrir y recubiertos con 10, 24 y 32 monocapas, en el torneado de barras de acero AISI 8620

### Conclusiones

Utilizando un sistema de 32 multicapas se depositó c-BN de 4.6  $\mu\text{m}$  de espesor con propiedades mecánicas adecuadas y buena adherencia al sustrato. Las pruebas de corte sobre barras de acero AISI 8620 utilizando buriles de acero rápido, realizadas en el Centro ASTIN, permitieron un incremento del desempeño de las herramientas de un 60% comparadas con aquellas sin recubrir. La capa adherente de TiN, la transición suave y continua de las propiedades mecánicas utilizando el  $\text{B}_4\text{C}$  y el gradiente de BCN, así como el tamaño de grano nanométrico y el número de interfaces, que bloquean el avance de dislocaciones y de posibles microgrietas, contribuyeron al mejoramiento de la adherencia y propiedades del recubrimiento de c-BN [8].

### Referencias

- [1] G. Demazeau, *Diam. Relat. Mater.* 2, 197 (1993).
- [2] W.J. Zhang, I. Bello, Y. Lifshitz, and S.T. Lee. *MRS Bulletin/March*, 184-188 (2003).
- [3] S. Ulrich, H. Ehrhardt, J. Schwan, W. Donner, H. Dosch, P. Widmayer, P. Ziemann, *Surface and Coatings Technology* 116-119 pgs. 269-273 (1999).
- [4] K. Yamamoto, M. Keuncke, K. Bewilogua, Zs. Czigany, L. Hultman, *Surface and Coatings Technology* 142-144 pgs. 881-888 (2001).
- [5] J.M. Caicedo R., G. Bejarano, P. Prieto, O. Morán, E. Baca y G. Zambrano, *Phys. Stat. Sol. (b)* 242, No. 9, 1920-1923 (2005).
- [6] G. Bejarano, Tesis doctoral "Multicapas de nitruro de boro para el mejoramiento del desempeño de las herramientas de corte", Universidad del Valle, octubre 13 de 2005.
- [7] L.G Jacobson., R.D Averitt, M. Nastasi, *J. Vac. Sci. Technol. A* 21(5) 1639- pg. 1643. (2003).
- [8] Bewilogua K., Keuncke M., Weigel K., *Thin Solid Films* Vol. 469-470, pg. 86-91, (2004).