# Plazma-destekli manyetik alanda sıçratma tekniğiyle $B_4C$ ince film üretimi

#### Tolga TAVŞANOĞLU<sup>\*</sup>, Okan ADDEMİR, Michel JEANDIN

İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı, 34469, Ayazağa, İstanbul

### Özet

Bor karbür, yüksek sertliği, mekanik, tribolojik, elektronik, optik özelliklerinin yanı sıra yüksek nötron absorblama özelliği ile de dikkat çeken bir malzemedir. Düşük yoğunluğu, yüksek Young modülü, çok yüksek termal ve kimyasal kararlılığı vb. özellikleri olan B<sub>4</sub>C, elmas ve c-BN'den sonra bilinen en sert malzeme olmasına karşın bu durum oda sıcaklığında geçerlidir. Elmas ve c-BN'ün sertliği artan sıcaklıkla kademeli olarak düşerken B<sub>4</sub>C termal kararlılığı sayesinde yüksek sıcaklıklarda sertliğini muhafaza etmektedir ve özellikle 1100 C'nin üzerindeki sıcaklıklarda bilinen en sert malzemedir. Bu özellikleriyle  $B_4C$  ince filmler, kesici takımların, fren balatalarının, sabit disklerin ve cesitli makine parçalarının kaplanması gibi mekanik, tribolojik uygulamaların yanı sıra, yüksek sıcaklık ortamları gibi zorlayıcı şartlarda çalışacak transistörler vb. elektronik ve optik uygulamalarda da kullanılmaktadır. Bu çalışmada, bor karbür tozlarının sıcak preslenmesiyle elde edilmiş olan bor karbür hedef malzeme kullanılarak, plazma-destekli doğru akım manyetik alan sıçratma tekniğiyle 350–400 nm kalınlığında homojen ve taban malzemeye iyi yapışan bor karbür ince filmler üretilmiştir. Biriktirme sıcaklığı tüm kaplamalar için 250 °C olarak sabitlenmiş ve 0–250 V arasında uygulanan taban malzeme voltajının kaplama yapısına olan etkileri incelenmiştir. Elektron sondası mikro analizleri (EPMA), kaplamaların elementel bilesimlerinin üretim şartlarından bağımsız olduğunu ortaya koymuştur. Kesitten gerçekleştirilen taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri sonucunda, bu çalışma şartlarında bor karbür filmlerin kolonsuz yapıda biriktiği tespit edilmiştir. Nanosertlik testleri neticesinde, taban malzeme voltajının arttırılmasıyla sertlik ve Young modülü değerlerinde önemli bir artışın meydana geldiği tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Bor karbür, ince film, sıçratma, iyon bombardımanı, nanomekanik.

<sup>&</sup>lt;sup>\*</sup>Yazışmaların yapılacağı yazar: Tolga TAVŞANOĞLU. tolgatav@itu.edu.tr; Tel: (212) 285 30 96.

Bu makale, birinci yazar tarafından İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı'nda tamamlanmış olan "Deposition and characterization of single and multilayered boron carbide and boron carbonitride thin films by different sputtering configurations" adlı doktora tezinden hazırlanmıştır. Makale metni 14.05.2009 tarihinde dergiye ulaşmış, 15.07.2009 tarihinde basım kararı alınmıştır. Makale ile ilgili tartışmalar 30.11.2010 tarihine kadar dergiye gönderilmelidir.

# Synthesis of B<sub>4</sub>C thin films by plasma-enhanced magnetron sputtering

#### **Extended** abstract

Boron carbide  $(B_4C)$  is the third hardest material at room temperature, which has many other attractive properties such as good wear resistance, high modulus, high chemical and thermal stability. These properties make boron carbide a promising candidate as hard and protective coating for cutting tools, automobile parts, hard disk drives and other wearresistant applications.

Within the range of 8-20% of carbon, boron carbide is ideally described by a rhombohedral unit cell with icosahedral arrangement of 12 atoms, in addition to a three-atom chain along the crystallographic c-axis that interconnect the icosahedra. For amorphous boron carbide films deposited by sputtering, it is believed that the structure is still based on a random icosahedral network at a carbon content less than 50%.

Several techniques have been used to synthesize boron carbide thin films, including chemical vapor deposition, plasma-enhanced chemical vapor deposition, cathodic arc, atmospheric plasma spraying, electromagnetically accelerated plasma spraying, RF magnetron sputtering, and DC magnetron sputtering. Among these, magnetron-sputtering techniques have been successfully commercialized in a large scale because of their high film-deposition rate and low-temperature features.

In this study, boron carbide powders were obtained from the carbothermal reduction of boric acid in a graphite resistance furnace at 2000 °C. The powder thus obtained was hot pressed in pure nitrogen atmosphere with 100 MPa applied force at 2100 °C for 15 minutes to obtain boron carbide target used in this study. The sputtering target was 15 cm in diameter and 7 mm in thickness.

Boron carbide thin films were deposited by plasmaenhanced DC magnetron sputtering of hot-pressed boron carbide target. AISI M2 steel and Si (100) wafers were used as substrates in each deposition. High-purity (99.999%) Ar was used as precursor and was introduced into the vacuum chamber through a mass flow controller to establish the desired working pressure, which was 0.3 Pa. The cathode power was fixed at 500 W for all the experiments.

Microstructural examinations revealed the presence of continuous and homogeneous  $B_4C$  films with 350-400 nm thickness.

Elemental composition of the films was measured by EPMA. Grazing-angle XRD of the coatings over the total range of process parameters showed no characteristic peaks for boron carbide, indicating that the coatings were amorphous.

Infrared spectra presented two broad bands, one centered at ~1100 cm<sup>-1</sup> and the other at ~1570 cm<sup>-1</sup>. The band at 1100 cm<sup>-1</sup> is attributed to B–C bonds in the icosahedra and is characteristic of  $B_4C$  thin film structure. The band at 1570 cm<sup>-1</sup> has been attributed either to the presence of graphite or free carbon in boron carbide structure or to the stretching in the linear chains that interconnect the icosahedra.

Nanoindentation results demonstrated that boron carbide films deposited are remarkably hard and the increase in the negative bias voltage led to an increase in the measured hardness from 32 GPa for the film deposited at floating potential to a maximum value of ~40 GPa for the coating deposited at 100 V bias voltage. Further increase in the bias voltage to 250 V resulted with a decrease in the hardness to 32 GPa. The same tendency of increase was observed for the Young's modulus, from 270 GPa for the films deposited at floating potential, it reached its maximum value for 300 GPa at 100 V bias voltage and then decreased thereafter to 265 GPa for 250 V bias voltage.

Modified sputtering configuration led non-columnar, featureless microstructures with smooth surface morphologies. There was no significant effect of the deposition parameters on the thickness and elemental composition of the films deposited. Films were amorphous and exhibited remarkably high hardness and Young's modulus values with high elasticity. With the increase in the bias voltage, increases in the hardness and Young's modulus of boron carbide films were observed.

*Keywords:* Boron carbide, thin film, sputtering, ion bombardment, nanomechanics.

# Giriş

Bor karbür, elmas ve kübik bor nitrürden sonra bilinen en sert malzemedir ve üstün mekanik, tribolojik, elektronik, optik özellikleri, düşük yoğunluğu, yüksek elastik modülü, yüksek termal ve kimyasal kararlığının yanı sıra yüksek nötron absorblama özelliği ile de teknolojik açıdan çok önemli bir malzemedir (Lattemann vd., 2007; Lousa vd., 1999; Chen vd., 2006). Bu özellikleriyle B<sub>4</sub>C ince filmler, kesici takımların, fren balatalarının, sabit disklerin ve cesitli makine parçalarının kaplanması gibi mekanik, tribolojik uygulamaların yanısıra, yüksek sıcaklık ortamları gibi zorlayıcı şartlarda çalışacak transistörler vb. elektronik ve optik uygulamalarda da kullanılmaktadır (Ulrich vd., 1997; Han vd., 2002)

Bor karbür malzemeler ve ince filmler farklı fazlarda ve dolayısıyla farklı bileşimlerde üretilebilirler (Jacobsohn vd., 2005). Bu sebeple literatürde bor karbür terimi ve kimyasal formülü olan B<sub>4</sub>C kararlı fazlar için olduğu kadar kararsız fazları temsil etmek icin de kullanılmaktadır. Bor karbür %8 ila 20 arasında karbon bileşiminde ideal olarak 12 atomun ikozahedral dizildiği ve 3 atomdan oluşan bir zincirin ikozahedraları birbirine bağladığı rombohedral kafes vapisivla tanımlanır (Thevenot, 1990: Jacobsohn vd., 2005). Özellikle ince film formunda ve sıcratma tekniğiyle üretilen çoğu örnekte elde edilen bor karbür filmler amorf vapıdadır ve bu amorf filmlerin %50'den az karbon içerdiği durumlarda düzensiz rombohedral yapıda olduğu düşünülmektedir (Han vd., 2002; Zhou vd., 2007).

Literatürde ince film bor karbür üretimi için farklı yöntemler kullanılmıştır. Bunlara örnek olarak; kimyasal buhar biriktirme (Sezer vd., 2001), plazma-destekli kimyasal buhar biriktirme (Kosinova vd., 2003), plazma püskürtme (Zeng vd., 2001), RF (Radyo Frekans) manyetik alanda sıçratma (Pascual vd., 1999) ve DC (Doğru akım) manyetik alanda sıçratma (Wu vd., 2003) verilebilir. Bu tekniklerden özellikle DC ve RF manyetik alanda sıçratma, yüksek biriktirme hızları ve düşük işlem sıcaklıkları nedeniyle endüstriyel uygulamalarda tercih sebebi olmaktadırlar (Ahn vd., 2005).

Bu çalışmada öncelikle bor karbür tozlardan sıcak-pres yöntemiyle bor karbür hedef malzeme üretilmiş ve üretilen hedef malzeme kullanılarak bor karbür ince filmler biriktirilmiştir. Kaplama parametrelerinden, sıcaklık ve taban malzeme voltajının, kaplama mikroyapılarına, mekanik ve kimyasal özelliklerine etkisi incelenmiştir.

# Materyal ve yöntem

Bor karbür tozlar, borik asitin grafit direnç fırınında, 2000 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen karbotermal redüksiyonundan elde edilmiştir. Toz üretimi ile ilgili detaylı bilgi literatürde mevcuttur (Thevenot, 1990). Elde edilen tozlar daha sonra 3.5 µm tane boyutlarına öğütülmüş ve ardından 100 MPa basınç, 2100 °C sıcaklıkta 15 dakika boyunca azot atmosferinde sıcak preslenmiştir. Üretilen bor karbür hedef malzemenin boyutları kaplama sistemine uygun olarak 15 cm çap ve 7 mm kalınlıktır.

Bor karbür kaplamalar, üretilen bor karbür hedef malzeme kullanılarak plazma-destekli doğru akım manyetik alanda sıçratma tekniğiyle, AISI M2 yüksek hız çeliği ve Si (100) taban malzemeler üzerine biriktirilmiştir. Sistemden yalıtılmış olan numune tutucunun hedef malzemeye olan uzaklığı 65 mm'dir. Sistemde 5x10<sup>-5</sup> Pa başlangıç basıncı mekanik ve turbomoleküler pompalar vasıtasıyla sağlanmıştır. Yüksek safiyette (% 99.999) Ar plazma oluşturucu, öncül gaz olarak sisteme verilmiş ve kaplama basıncı 0.3 Pa olacak şekilde gaz akışı ayarlanmıştır. Sıçratma gücü bütün kaplamalar için 500 W olarak seçilmiştir.

Kaplama hücresine sokulmadan önce bütün taban malzemeler ultrasonik banyoda sırasıyla aseton ve etanol ile temizlenmiş ve azot gazı üflenerek kurutulmuştur. Film biriktirmeye başlamadan evvel 30 dakika süreyle bor karbür hedef malzeme temizlenmiştir. Katot önündeki koruma kalkanı ve harici plazma kaynağı sayesinde aynı zamanda taban malzemelere de Ar plazması altında kademeli artan voltajlarla iyon dağlama işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu sayede katot malzeme yüzeyi ve taban malzemeler kaplama işlemi öncesinde istenmeyen kalıntılardan arındırılmışlardır. Sistemin plazma-destekli konfigürasyonu sayesinde, taban malzeme üzerindeki iyon enerjisi uygulanan DC taban malzeme voltajları vasıtasıyla kontrol edilirken, iyon akışı harici plazma kaynağı akım kontrolü ile ayarlanmıştır. Bu şekilde üzerinde hedef malzemeyi barındıran negatif plazma kaynağı ile kaplama işlemi gerçekleştirilirken, filmler pozitif plazma kaynağı sayesinde elde edilen yüksek enerjili iyonlar tarafından bombardımana tabi tutulmuştur. Bor karbür ince filmlerin üretiminde uygulanan kaplama şartları Tablo 1'de gösterilmiştir.

B <sub>4</sub> C Kaplama Şartları	
Başlangıç basıncı (Pa)	$5 \times 10^{-5}$
İşlem basıncı (Pa)	0.3
Taban malzeme voltajı (V)	0 - 250
Sıcaklık (°C)	250
Sıçratma gücü (W)	500
Ar akış miktarı (sccm)	20
Kaplama süresi (min)	75

Hedef malzemenin ve elde edilen bor karbür kaplamaların kimyasal bileşimi elektron sondası mikro analizi (EPMA SX 100) ile ölçülmüştür. Filmlerin kristal yapısı x-ışını difraktometresi (XRD Rigaku Dmax 2200) ile tayin edilmiştir. Kimyasal bağ yapıları Fourier dönüsümlü kızıspektrometresi lötesi (FTIR Perkin-Elmer Spectrum-One System) ile belirlenmiştir. JEOL 6320 FV taramalı elektron mikroskopu (SEM), ince filmlerin mikroyapılarının ve yüzey morfolojilerinin incelenmesinde kullanılmıştır. Bor karbür filmlerin nanomekanik özellikleri nanosertlik testleri ile belirlenmiştir. Testler için Hysitron Triboscope® nanosertlik cihazı kullanılmış ve kaplamaların sertlikleri ve elastik modülleri ölçülmüştür.

## Deneysel çalışma sonuçları

Bor karbür toz ve hedef malzeme özellikleri

Şekil 1, bor karbür tozlarından alınmış elektron mikroskobu görüntüsünü göstermektedir. Lazer tane boyutu ölçüm cihazında ölçülen 3.7 µm ortalama tane boyut değeri ile elektron mikroskobu gözlemleri uyum göstermektedir.



Şekil 1. Bor karbür tozlarının SEM görüntüsü

Sinterlenmiş hedef malzemenin kimyasal bileşimi EPMA ile tayin edilmiştir. Sonuçlar, yapının %78 bor, %21.5 karbon, %0.2 oksijen ve %0.3 silisyumdan oluştuğunu göstermektedir. Dolayısıyla bu çalışmada üretilen bor karbür hedef malzemede B/C oranı 3.62 olarak ölçülmüştür.

Üretilen bor karbür hedef malzemenin yoğunluk ölçümleri DIN 51056 standardına göre, daha çok bilinen ismiyle Arşimet prensibine göre gerçekleştirilmiştir. Malzemede %99 teorik yoğunluğa ulaşıldığı hesaplanmıştır. Şekil 2'de gösterilen, sinterlenmiş bor karbür hedef malzemenin kırık yüzeyinden alınan görüntü de bu bulguyu porozite içermeyen yoğun görünümüyle doğrulamaktadır. Şekilde görülen boşluklar bor karbürün gevrek kırılma özelliğinden kaynaklanmaktadır.



Şekil 2. Sıcak preslenmiş bor karbür mikroyapısı

#### Kaplama özellikleri

Üretilen bor karbür kaplamaların mikroyapıları, AISI M2 çelik ve Si (100) olmak üzere her iki taban malzeme üzerinde kesitten alınan SEM görüntüleri ile gözlemlenmiştir.

Yapılan çalışmalar sonucunda kaplama büyüme morfolojisinin taban malzeme özelliklerinden bağımsız olduğu tespit edilmiştir. Şekil 3'te üretilen tüm kaplamaların temsili örneği olarak Si taban malzeme üzerine 250 °C ve 250 V taban malzeme voltajı şartlarında biriktirilmiş bor karbür ince filmin kesit görüntüsü verilmektedir.



# Şekil 3. Bor karbür ince filmlerin kesit SEM görüntüsü

Şekil 3'ten görülebileceği üzere, kaplama mikro yapısını ve yüzey morfolojisini aynı anda gözlemleyebilmek için SEM çalışması 10°'lik bir eğim verilerek gerçekleştirilmiştir. 250 °C sıcaklık ve farklı taban malzeme voltajlarında üretilen tüm kaplamalar kolonsuz yapıdadır. Bunun iki nedeninin olduğu düşünülmektedir. Öncelikle kaplamaların çekirdeklenme ve büyüme başlangıcı aşamasında yüzeye adsorbe olan atomlar termal energi vasıtasıyla aktive edilmektedir. Büyüme aşamasında ise, plazma desteği sayesinde numune tutucu etrafında yaratılan yoğun plazmada bulunan Ar iyonları, uygulanan taban malzeme voltajları ile kaplama yüzeyine doğru hızlandırılarak yüzeyi bombardıman etmekte ve atomal gölgelemeyi engelleyerek kolonsuz, sürekli ve homojen bir yapı oluşmasını sağlamaktadır. Boşluk içermeyen bu kolonsuz yapı, kolonlu yapılara göre daha yoğundur.

Farklı taban malzeme voltajları uygulanarak 250 °C'de üretilmiş kaplamaların kimyasal bileşimleri EPMA ile ölçülmüştür. Ölçümlerde taban malzemeden sinyal alınmaması amacıyla 5 keV hızlandırma voltajları kullanılmıştır. Elde edilen sonuçlar hedef malzeme bileşimi ile aynıdır.

Düşük açılı X-ışını taramalarında bor karbüre ait herhangi bir pik görülmemiştir. Üretilen bor karbür filmler amorf yapıdadır. Bor karbür ince filmlerin bağ yapıları FTIR spektrometresi ile incelenmiştir. Şekil 4'te verilen grafikte iki geniş bant görülmektedir.



Şekil 4. Bor karbür ince filmlerin FTIR grafiği

Bunlardan ilki ~1100 cm<sup>-1</sup> de diğeri ~1570 cm<sup>-1</sup> de gözlenmiştir. 1100 cm<sup>-1</sup>'de bulunan pik literatürde ikozahedra içerisinde bulunan B-C bağlarına atfedilmiştir ve B<sub>4</sub>C yapısının kanıtı olarak gösterilmektedir (Lousa vd., 1999). 1570 cm<sup>-1</sup> deki pik ise, ya üretilen bor karbür içeriğindeki serbest karbon-grafit yapısına, ya da ikozahedraları bağlayan C-B-B bağlarının titreşmesine atfedilmiştir (Domnich vd., 2002; Kuhlmann vd., 1994).

Nanosertlik ölçümleri Hysitron Triboscope nanomekanik analiz sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu sistem, Digital Instruments D3100 model bir atomik kuvvet mikroskopuna bağlıdır. Bu teknik sayesinde nanosertlik ölçümü öncesinde ve sonrasında, test için kullanılan aynı uçla, test bölgesinin görüntüsü alınabilmektedir. Şekil 5, bor karbür ince filmden piramit Berkovich elmas uç kullanılarak alınan 2 boyutlu ve 3 boyutlu batma derinliği profillerini göstermektedir.



Şekil 5. Bor karbür ince filmden nanosertlik ölçümü sonrası alınmış batma derinliği profili (a) 2 boyutlu gösterim (b) aynı bölgenin 3 boyutlu görüntüsü

Şekil 6, 250 °C sıcaklık ve 100 V taban malzeme voltajı değerlerinde biriktirilen  $B_4C$  ince filmin nanosertlik ölçümü sonunda elde edilen yük-batma derinliği grafiğini göstermektedir.



Şekil 6. 250 °C sıcaklık ve 100 V taban malzeme voltajı değerlerinde biriktirilen B<sub>4</sub>C ince filmin yük-batma derinliği grafiği

Şekil 6'dan görülebileceği üzere uygulanan yükün kaldırılması sırasında bor karbür film %80 elastik toparlanma göstermektedir. Bu değer incelenen tüm filmlerde %70 ila %80 arasında değişmiştir. Buradan bor karbür filmlerin üstün elastik özelliklere sahip olduğu sonucunu çıkartmak mümkündür.

Malzemelerin ve ince filmlerin sertlikleri ve elastik modülleri yük-batma derinliği grafiklerinin analizinden elde edilmektedir. En yaygın kullanılan analiz metodu Oliver ve Pharr (1992) tarafından önerilmiştir ve bu çalışmadaki filmlerin sertlik ve elastik modül değerlerinin hesaplanmasında da söz konusu yöntem kullanılmıştır.

Öncelikle taban malzemenin etkisini görmek için AISI M2 çeliği üzerine biriktirilmiş bor karbür ince filmlere 500 ila 5000 µN arasındaki yükler uygulanarak bir seri test yapılmıştır. Uygulanan bu yükler 20 ila 100 nm arasında değişen batma derinlikleri ile sonuçlanmışlardır. Her ne kadar 100 nm ve üzeri batma derinlikleri ile sonuçlanan yüksek yüklerde bile önemli bir taban malzeme etkisi görülmese de özellikle düşük yüklerde elmas ucun köşelerinin yuvarlanarak hassasiyetini kaybetmesinden kaynaklanan problemler yaşanmış ve olması gerekenden düşük değerler ölçülmüştür.

Bu sebeple 0 ila 250 V arasında taban malzeme voltajı değerleri uygulanarak biriktirilen 5 adet kaplama yukarıda anlatıldığı şekilde optimize edilmiş olan 3000  $\mu$ N'luk sabit yüklerle ölçülmüş ve sonuçlar Şekil 7 ve Şekil 8'de gösterilmiştir.

Şekil 7'den görüleceği üzere taban malzeme voltajı uygulanmadan biriktirilen bor karbür ince film yaklaşık 32 GPa sertlik değerine sahiptir. 50 V taban malzeme voltajı uygulanarak biriktirilen filmin sertliği artarak 35 GPa değerine yükselmiştir. Uygulanan taban malzeme voltajı 100 V değerine ulaştığında yaklaşık 40 GPa ile bu çalışmada elde edilen en sert bor karbür ince film biriktirilmiştir. Taban malzeme voltajının daha fazla arttırılması, sertlik değerlerini önce 150 V taban malzeme voltajında 33 GPa'ya, 250 V uygulanan filmde ise 32 GPa değerlerine düşürmüştür.





Şekil 8, uygulanan taban malzeme voltajına göre elastik modül değerlerinin değişimini göstermektedir. Bor karbür kaplamaların hesaplanan elastik modül değerleri de sertlikleri ile aynı davranışı izlemektedir. Taban malzeme voltajı uygulanmadan gerçekleştirilen kaplamada yaklaşık 270 GPa elastik modül değeri elde edilirken, 100 V'ta artarak 300 GPa değerine yükselmiş ve taban malzeme voltajındaki daha fazla artış sonucu 250 V'ta 265 GPa değerine düşmüştür. Şekillerden de görülebileceği üzere elastik modül değerleri sertliklerle benzer davranış özellikleri göstermesine rağmen uygulanan taban malzeme voltajının etkisi sertlik değerlerini daha fazla etkilemiştir.





Bu durum, literatürde başka araştırmacılar tarafından da rapor edilen bir sonuçtur. Genel kanı, kolonsal yapının ortadan kalkmasını ve yeterli yoğunlaşmayı sağlayan bir kritik taban malzeme voltajı değeri olduğu ve bu değerin üzerindeki enerjilerde iyon bombardımanının yapı üzerinde tahrip edici etkisi olduğu yönündedir (Müller, 1986).

#### Sonuçlar

Çalışma sonunda elde edilen sonuçlar aşağıdaki şekilde özetlenebilir:

- Bor karbür tozlarından sıcak-presleme yöntemiyle %99 teorik yoğunluğu olan bor karbür hedef malzeme üretilmiştir.
- Üretilen bor karbür hedef malzeme doğru akım güç kaynağıyla sorunsuz şekilde çalışacak iletkenliktedir.
- Harici plazma konfigürasyonu neticesinde 350-400 nm kalınlığında kolonsal yapılı olmayan, yoğun ve homojen bor karbür kaplamalar elde edilmiştir.
- Numune tutucu etrafındaki yoğun plazma, taban malzeme voltajı uygulanmayan numuneler için bile kolonsal yapının ortadan kalkmasını sağlamıştır.
- Uygulanan taban malzeme voltajı değerlerinin çalışılan aralıkta kaplama kalınlıklarına herhangi bir etkisi tespit edilmemiştir.
- Çalışma şartlarında, üretim parametrelerinin kaplamaların kimyasal bileşimine herhangi bir etkisi gözlenmemiştir.
- Elde edilen bor karbür filmler amorf yapıdadır. Bununla birlikte 40 GPa değerine varan yüksek sertlikler ve 300 GPa elastik modül değerleri elde edilmiştir.
- Uygulanan taban malzeme voltajı ile kaplama sertlikleri ve elastik modülleri kritik bir enerjiye kadar artmış, voltajın daha fazla arttırılmasıyla sertlik ve elastik modüllerin azaldığı gözlenmiştir. Bu çalışma şartlarında kritik voltaj 100 V olarak tespit edilmiştir.

#### Semboller

- *c-BN* : Kübik bor nitrür
- nm : Nanometre
- μm : Mikrometre
- V : Volt
- Pa : Paskal
- GPa : Gigapaskal
- *keV* : *Kilo elektron volt*
- $\mu N$  : Mikronewton
- d.b. : Dilemsel birim

## Kaynaklar

- Ahn, H.S., Cuong, P.D., Shin, K.H. ve Lee, K.S., (2005). Tribological behavior of sputtered boron carbide coatings and the influence of processing gas, *Wear*, **259**, 807.
- Chen, Y., Chung, Y.W. ve Lib, S.Y., (2006). Boron carbide and boron carbonitride thin films as protective coatings in ultra-high density hard disk drives, *Surface and Coatings Technology*, **200**, 4072.
- Domnich, V., Gogotsi, Y., Trenary, M. ve Tanaka T., (2002). Nanoindentation and Raman spectroscopy studies of boron carbide single crystals, *Applied Physic Letters*, **81**, 20, 3783.
- Han, Z., Li, G., Tian, J. ve Gu, M., (2002). Microstructure and mechanical properties of boron carbide thin films, *Materials Letters*, **57**, 899.
- Jacobsohn, L.G. ve Nastasi, M., (2005). Sputterdeposited boron carbide films: Structural and mechanical characterization, *Surface and Coatings Technology*, **200**, 5-6, 1472.
- Kosinova, M.L., Rumyantsev, Y.M., Golubenko, A.N., Fainer, N.I., Ayupov, B.M., Dolgovesova, I.P., Kolesov, B.A., Kaichev, V.V. ve Kuznetsov, F.A., (2003). Chemical composition of boron carbonitride films grown by plasma-enhanced chemical vapor deposition from trimethylamineborane, *Inorganic Materials*, **39**, 4, 366.
- Kuhlmann, U. ve Werheit, H., (1994). Raman effect of boron carbide (B<sub>4.3</sub>C to B<sub>10.37</sub>C), *Journal of Alloys and Compounds*, **205**, 87.
- Lattemann, M. ve Ulrich, S., (2007). Investigation of structure and mechanical properties of magnetron sputtered monolayer and multilayer coatings in the ternary system Si–B–C, *Surface and Coatings Technology*, **201**, 5564.

- Lousa, A., Martinez, E., Esteve, J. ve Pascual, E., (1999). Effect of ion bombardment on the properties of  $B_4C$  thin films deposited by RF sputtering, *Thin Solid Films*, **355-356**, 210.
- Müller, K.H., (1986). Modelling ion-assisted deposition of CeO<sub>2</sub> films, *Applied Physics A*, **40**, 209.
- Oliver, W.C. ve Pharr, G.M., (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research*, 7, 1564.
- Pascual, E., Martinez, E., Esteve, J. ve Lousa, A., (1999). Boron carbide thin films deposited by tuned-substrate RF magnetron sputtering, *Diamond and Related Materials*, 8, 402.
- Sezer, A.O. ve Brand, J.I., (2001). Chemical vapor deposition of boron carbide, *Materials Science and Engineering B*, **79**, 191.
- Thevenot, F., (1990). Boron carbide–A comprehensive review, *Journal of the European Ceramic Society*, **6**, 205.
- Wu, M.L., Kiely, J.D., Klemmer, T., Hsia, Y.T. ve Howard, K., (2003). Process-property relationship of boron carbide thin films by magnetron sputtering, *Thin Solid Films*, **449**, 120.
- Ulrich, S., Theel, T., Schwan, J. ve Ehrhardt, H., (1997). Magnetron sputtered superhard materials, *Surface and Coatings Technology*, **97**, 45.
- Zeng, Y., Ding, C. ve Lee, S.W., (2001). Atomic structure and vibrational properties of icosahedral  $\alpha$ -boron and B<sub>4</sub>C boron carbide, *Journal of the European Ceramic Society*, **21**, 87.
- Zhou, M.J., Wong, S.F., Ong, C.W. ve Li, Q., (2007). Microstructure and mechanical properties of B<sub>4</sub>C films deposited by ion beam sputtering, *Thin Solid Films*, **516**, 336.