

**С. А. Клименко, А. С. Манохін*, С. Ан. Клименко,
Ю. О. Мельничук, В. В. Білорусець, С. П. Старик,
А. О. Чумак, М. Ю. Копейкіна, С. В. Рябченко**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля

НАН України, м. Київ, Україна

*the.manokhin@gmail.com

Визначення залишкових напружень в захисних покриттях на підкладці із ПКНБ

Вдосконалено розрахунково-дослідний підхід до оцінки залишкових напружень у тонких вакуум-плазмових захисних покриттях на інструментах із ПКНБ з врахуванням термічної та структурної складових, які виникають під час їхнього формування. Проведено розрахунок напружень у покритті TiNbN з урахуванням експериментальних даних щодо деформації модельного зразка – тонкої сталевих пластини, виділено структурно- та термічно-обумовлені компоненти залишкових напружень у покритті. Знайдено функціональну залежність між прогином зразка, температурою нанесення покриття, модулем Юнга та залишковими напруженнями в покритті. З використанням даних, отриманих на модельних зразках, визначено залишкові напруження в покритті, нанесеному на підложку із ПКНБ інструментального призначення торгової марки “Борсиніт”. Абсолютні значення сумарних залишкових напружень зі збільшенням товщини покриття від 1 до 2,5 мкм суттєво зростають, досягаючи 1,9 ГПа. Показано, що залишкові напруження є безпечними з точки зору можливого когезійного руйнування покриття.

Ключові слова: захисне покриття, залишкові напруження, термічна та структурна складові, моделювання, ПКНБ.

ВСТУП

Областю ефективного застосування інструментів, оснащених робочою частиною з полікристалічного кубічного нітриду бору (ПКНБ), є обробка загартованих сталей [1]. Такі інструменти забезпечують високу продуктивність обробки та дозволяють отримати вироби потрібної якості, але підвищення їх зносостійкості залишається актуальним питанням. Одним із перспективних методів підвищення зносостійкості інструментів є нанесення на робочі поверхні захисних покриттів різними методами осадження [2]. У якості покриттів широко використовують карбіди NbC, TiC, нітридні сполуки CrN, TiCN, TiAlN та ін. Для забезпечення високої зносостійкості та стійкості до окислення покриття на різальних інструментах повинні мати належну твердість, тріщиностійкість, ударну в'язкість. Для отримання високоякісних покриттів на інструментах із ПКНБ найчастіше використовують метод фізичного осадження із парової фази (PVD), який забезпечує високу однорідність по товщині та щільну структуру матеріалу покриття.

СТАН ПИТАННЯ

Процес нанесення покриття супроводжується виникненням у них залишкових напружень σ_{res}^{Σ} , які є сумою структурної σ_{res}^S та термічної σ_{res}^T складових. Структурні залишкові напруження, які виникають під час формування границь окремих кристалітів в процесі росту плівки, складають $\sim 60\text{--}70\%$ від загального значення напружень у покритті [3, 4]. Наявність таких дефектів, як порушення кристалічної решітки по межах зерен або фаз, сприяє росту залишкових напружень [4, 5]. Рівень термічних напружень визначається різницею у значеннях коефіцієнтів термічного розширення матеріалів основи та покриття [6, 7].

На значення і характер розповсюдження залишкових напружень у покритті впливають параметри його осадження – температура основи, швидкість потоку газу, швидкість осадження [8, 9]. Так само, залишкові напруження впливають на твердість, втомну міцність та ударну в'язкість покриття, міцність його зчеплення з підкладкою та інші показники, які визначають експлуатаційні властивості інструменту з покриттям [9].

В [10–12] описано методи оцінки залишкових напружень, а також розглянуто їхній вплив на властивості покриттів. Так, у [11] розвинуто скінченно-елементну модель для оцінки залишкових напружень у двошаровому покритті Ti–AlN, нанесеному методом PVD на сталю пластину. Встановлено, що на краю пластини залишкові напруження є найбільшими, максимальні напруження розтягу в радіальному напрямку збільшуються з ростом товщини покриття, водночас напруження стиску зменшуються. Що важливо, залишкові напруження можливо зменшити за рахунок належного підбору матеріалів.

Для оцінки залишкових напружень широко застосовують “sin2 ψ ”-метод, який базується на даних рентгеноструктурного аналізу [13–15]. Недоліком цього підходу є необхідність мати дані щодо параметрів атомної решітки аналізованої структури у недеформованому стані, вільному від макронапружень. Якщо у разі дослідження залишкових напружень простих з'єднань типу TiN такі дані можливо визначити або знайти у літературі, то для багатокомпонентних покриттів їх отримати дуже складно, якщо взагалі можливо.

Ймовірно, найпростішим методом оцінки залишкових напружень є розрахунково-дослідний підхід до визначення прогину під дією залишкових напружень зразка у вигляді покриття, нанесеного на тонку металеву підложку. За відсутності зовнішнього навантаження прогин зразка можна оцінити з рівнянь прогину пружної балки [16–19] під дією залишкових напружень у покритті. Перевагою такого підходу є його відповідність експерименту, оскільки вплив сумарних (термічних і структурних) залишкових напружень у зразку в ході дослідів спостерігається безпосередньо. Його недоліком є приблизний характер отриманих в балочному наближенні аналітичних залежностей $\sigma_{res} = f(R, h, H, E)$, наприклад [18, 19];

$$\sigma_{res} = \frac{EH^2}{6(1-\nu)h} \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right), \quad (1)$$

де h і H – товщина покриття та підкладки; R_0 і R – радіуси кривизни зразка до і після деформації; ν і E – коефіцієнт Пуассона та модуль Юнга матеріалу підкладки. До того ж аналітичні вирази дозволяють отримати лише середні значення напружень, тоді як їхні значення в шарі реальних покриттів характеризуються значними градієнтами.

Ілюстрацією практичного застосування вказаного підходу є результати дослідження параметрів напруженого стану покриття $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{NbN}/\text{Ti}$, нанесеного на металеву підкладку (значення сумарного рівня залишкових напружень, їхніх структурної та термічної компонент), що дозволило оцінити рівень залишкових напружень у такій системі під час нанесення на різальний інструмент з полікристалічного матеріалу на основі кубічного нітриду бору [16]. Метою цієї роботи є вдосконалення розрахунково-дослідної методики оцінки значення залишкових напружень у захисних покриттях на підкладках (поверхнях інструментів) з ПКНБ.

МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕНЬ

У даній роботі залежності між залишковими напруженнями в покритті та деформацією тонкої пластини визначали за допомогою розв'язання двовимірної задачі теорії пружності методом скінчених елементів. Підкладкою дослідних зразків, на які наносили покриття, була пластина зі сталі ХВГ товщиною 0,1 мм, довжиною 36 мм та шириною 10 мм. Для запобігання деформації в процесі осадження покриття зразок закріплювали на металевій оправці. Перед нанесенням покриття зразок піддавали хімічному очищенню з використанням ізопропілового спирту для видалення жирових забруднень та термічній обробці за температури 150 °С протягом 1 год для видалення вологи та органічних забруднень. Покриття TiNbN наносили методом вакуумно-дугового розпилення з використанням катоду складу $\text{Ti} - 90\%$ (за масою), $\text{Nb} - 10\%$ (за масою). Перед осадженням покриття підкладку повільно нагрівали у вакуумній установці до 200 °С та обробляли іонами Ti протягом 4 хв за негативного потенціалу -800 В. Осадження покриття відбувалось в атмосфері азоту з такими параметрами: час осадження – 10 хв; температура зразка в процесі осадження покриття – 320 °С; тиск в реакційному просторі – $8 \cdot 10^{-2}$ Па; опорна напруга – 100 В; струм дуги – 100 А. З метою визначення товщини покриття на сталевій підкладці, одночасно покриття формувалося на зразку-свідку – пластині з Si .

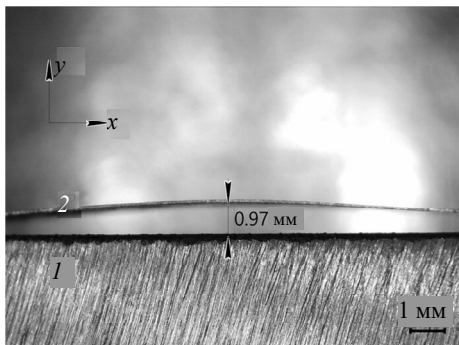


Рис. 1. Оправка зі зразком: 1 – оправка; 2 – металева пластина з покриттям.

використаний для визначення залежності деформації зразка від товщини покриття (рис. 2, в).

Використану в теоретичному аналізі двовимірну геометричну модель пластини (A_1) з покриттям (A_2) наведено на рис. 2, г. Механічні та термопружні властивості матеріалів покриття та підкладки наведено в табл. 1.

Після зняття кріплень зразок з покриттям під дією залишкових напружень деформувався у вигляді дуги (рис. 1). Середнє значення максимальної величини прогину, визначене за результатами вимірювання на трьох зразках, за температури 20 °С становило $\Delta y = 0,97$ мм.

Товщину покриття ($h = 1,05$ мкм) визначали на приладі “Мікрон-гамма” методом профілометрії подряпин у зоні адгезійного відшарування покриття під час скретч-тестування зразка-свідка з кремнієвою підкладкою (рис. 2, а, б). Такий підхід був

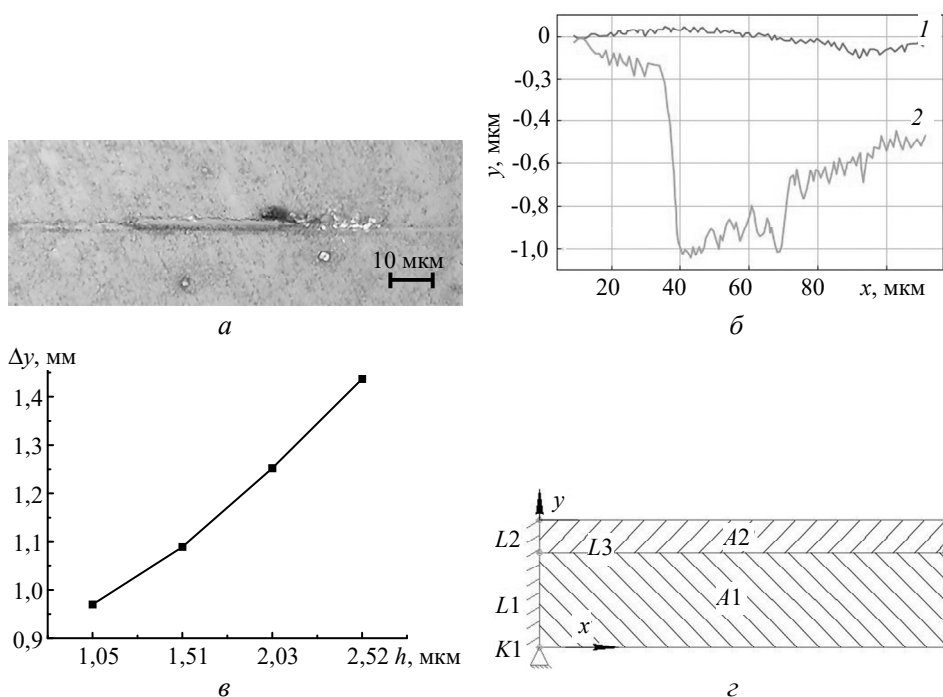


Рис. 2. Зразок-свідок після скретч-тестування (а) та профілограма ділянки покриття на ньому (1 – профіль поверхні покриття; 2 – профіль подряпини в покритті) (б); залежність деформації зразка зі сталеву підкладкою від товщини покриття (в), загальна схема модельного зразка з покриттям (г).

Для визначення напружено-деформованого стану системи підкладка–покриття (рис. 2, г) використано скінчено-елементну модель на базі рівнянь двовимірної теорії пружності в наближенні плоского напруженого стану. Останнє означає, що вектор нормальних до площини Oxy напружень дорівнює нулю. На границі розділу між покриттям та підкладкою (лінія $L3$) має місце повний механічний контакт (неперервність векторів переміщень і нормальних напружень). На лініях $L1$ та $L2$ задано умову симетрії, яка робить достатнім проведення розрахунків для половини реального об'єкта. Залишкові структурні напруження задано в моделі для всього об'єкта матеріалу покриття: $\sigma_x = \sigma_{res}^S$, $\sigma_y = 0$. Термічну складову, яка виникає внаслідок різниці КТР матеріалів покриття та підкладки, розраховували для умов охолодження зразка з покриттям від температури осадження ($T_0 = 320^\circ\text{C}$) до кімнатної температури 20°C .

Таблиця 1. Термопружні властивості розглянутих матеріалів

Матеріал	E , ГПа	ν	КТР 10^{-6} , K^{-1}
Покриття TiNbN	400	0,24	7,0
Сталь ХВГ	210	0,30	11,3
ПКНБ “Борсиніт”	840	0,175	2,55

З метою визначення залишкових напружень у покритті в певному діапазоні умов реального експерименту проведено розрахунки для різної товщини

покриття та різних напружень, які задають у моделі. Діапазон умов факторного плану віртуального експерименту наведено в табл. 2.

Таблиця 2. Умови факторного експерименту

Фактор	Мінімальне значення	Максимальне значення
Товщина покриття h , мкм	1	4
Структурні напруження в покритті σ_{res}^S , МПа	-3000	3000
Температура T , °C	100	400
Модуль Юнга E , ГПа	100	400

Аналіз результатів моделювання дозволив отримати рівняння регресії (2), яке відображає вплив на деформацію як безпосередньо самих факторів, так і їхньої взаємодії:

$$\begin{aligned} \Delta y = & 1,2 \cdot 10^{-3} - 1,7 \cdot 10^{-3} h - 7,73 \cdot 10^{-3} \sigma_{res}^S - 6,09 \cdot 10^{-5} T - 1,37 \cdot 10^{-5} E - \\ & 0,45 h \sigma_{res}^S - 8,09 \cdot 10^{-5} h T - 3,79 \cdot 10^{-5} h E - 0,238 \cdot 10^{-3} \sigma_{res}^S E + \\ & 0,071 \cdot 10^{-5} T E + 0,32 \cdot 10^{-3} h \sigma_{res}^S E + 0,19 \cdot 10^{-5} h T E. \end{aligned} \quad (2)$$

РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ

Розв'язок рівняння (2) за відомого значення прогину зразку $\Delta y = 0,97$ мм та $T = 320$ °C дає значення залишкового напруження $\sigma_{res}^S = -1554$ МПа. На рис. 3, а наведено модель деформованого зразку для $\sigma_{res}^S = -1554$ МПа за умови, що в моделі діють і напруження, зумовлені її охолодженням від 320 до 20 °C, (масштаб по осі OY 5:1). Розраховані значення напружень в покритті становлять: $\sigma_x = -2156$ МПа, $\sigma_y = 695$ МПа, де $\sigma_x = \sigma_{res}^\Sigma$ – загальне залишкове напруження, що відповідає сумарному впливу їхніх структурної та термічної складових.

Розрахунок термічної складової залишкових напружень σ_{res}^T методом скінчених елементів, показав, що в даному випадку за деформації $\Delta y = 0,32$ мм (рис. 3, б) її максимальні значення становлять: $\sigma_x = -602$ МПа. Відзначимо, що розрахунок σ_{res}^T базується на припущенні, що покриття та підкладка мають в процесі осадження однакову середню температуру 320 °C, зафіксовану термopарою, встановленою у вакуумній камері обладнання для напилення. Для порівняння, розрахунок залишкових термічних напружень у покритті, зумовлених виключно різницею КТР матеріалів підкладки та покриття, за відомим аналітичним виразом [20]

$$\sigma_{res}^T = \frac{E_c}{1-\nu} (\alpha_c - \alpha_s) (T_{dep} - T_{room}), \quad (3)$$

де α_c , α_s – КТР матеріалів покриття та підкладки; T_{dep} , T_{room} – температура нанесення покриття та кімнатна температура; дає значення $\sigma_{res}^T = -633$ МПа.

Сумарний прогин та відповідні напруження обумовлюються структурною Δy_S та термічною Δy_T складовими, тому $\Delta y_S = \Delta y - \Delta y_T = 0,97 - 0,32 = 0,65$ мм. Тобто, без урахування температурного чинника прогин, відповідний $\sigma_{res}^S =$

–1554 МПа, становить 0,65 мм (рис. 3, в). Дане значення відповідає структурної складової залишкових напружень σ_{res}^S в покритті, нанесеному на сталеву підкладку.

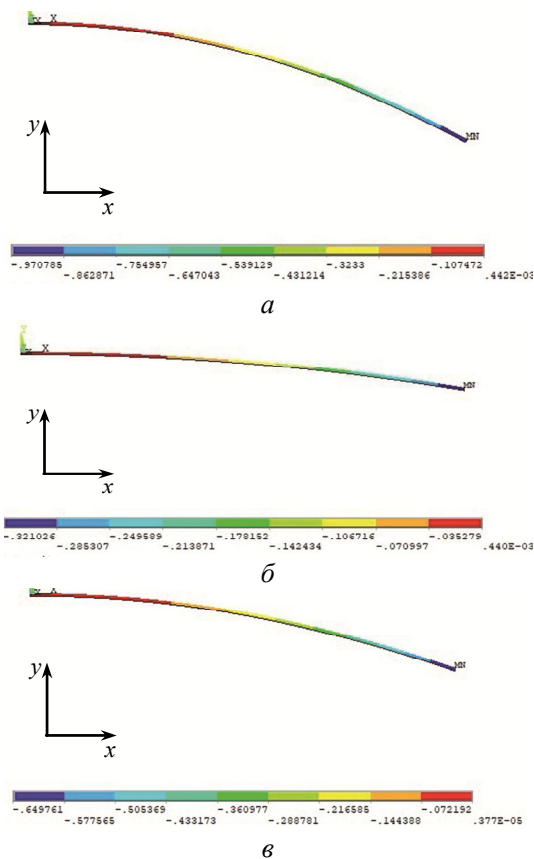


Рис. 3. Деформована модель зразку: сумарна деформація (а), термічна (б) та структурна (в) складові.

У припущенні, що значення структурної складової σ_{res}^S за інших рівних умов не залежить від матеріалу підкладки, оцінимо сумарні залишкові напруження у разі нанесення покриття на підкладку з ПКНБ за $\sigma_{res}^S = -1554$ МПа. Товщина підкладки в даному разі дорівнює 0,5 мм, довжина зразка – 1,5 мм. Розрахункові сумарні залишкові напруження становлять $\sigma_{res}^\Sigma \sigma_x = -825$ МПа, $\sigma_y = 1014$ МПа.

Під час розрахунку термічної складової напруження у покритті, нанесеному на пластину із ПКНБ, параметр σ_{res}^S дорівнює нулю. Термічна складова напруження σ_{res}^T , що виникає в процесі осадження покриття за температури $T = 320$ °С, дорівнює 722 МПа (рис. 4, б).

За наведеною вище методикою досліджено і визначено вплив товщини покриття h на прогин зразка зі сталеву підкладкою, що дозволило розрахувати з рівняння (2) структурну складову залишкових напружень σ_{res}^S і потім за допомогою моделювання визначити залежність сумарних залишкових напружень в покритті на підкладці з ПКНБ від h .

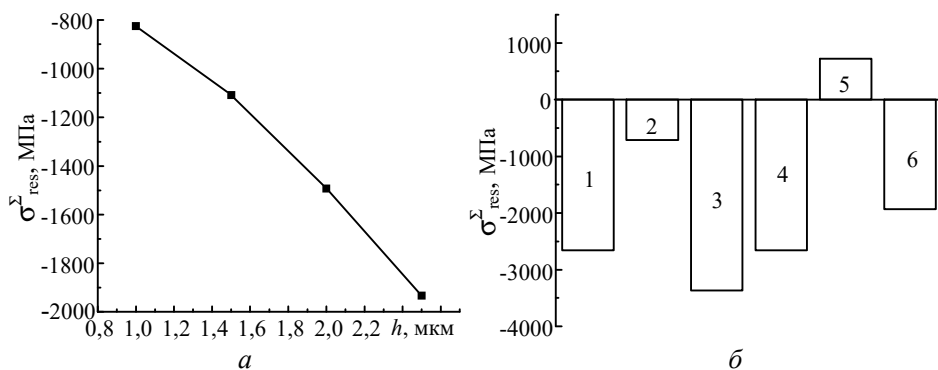


Рис. 4. Залежність сумарних залишкових напружень від товщини покриття (а); розподіл залишкових напружень у покритті TiNbN товщиною 2,5 мкм на сталевій (1, 2, 3) та ПКНБ підкладках (4, 5, 6) (б): сумарні (1, 4), термічні (2, 5), структурні (3, 6).

Як видно на рис. 4 а, зі збільшенням товщини покриття до від 1 до 2,5 мкм залишкові напруження стиску σ_{res}^{Σ} суттєво зростають і досягають значення – 1933 МПа, значення σ_y за такої умови становить 1014 МПа. Розподіл компонентів залишкових напружень у покритті TiNbN товщиною 2,5 мкм на сталевій та ПКНБ підкладках зображено на рис. 4, б. Необхідно відзначити, що сумарні залишкові напруження на підкладці з ПКНБ значно менші в порівнянні з випадком, коли покриття нанесено на сталеву підкладку.

Практичне значення має також оцінка можливості когезійного руйнування покриття під дією внутрішніх напружень, що проявляється у розтріскуванні покриття. Для $h = 2,5$ мкм $\sigma_y = 1014$ МПа, що значно менше наведеного в [21] значення міцності покриття під час розтягування, яка становить 4,4 ГПа. За результатами проведеної оцінки можна зробити висновок, що згідно теорії найбільших нормальних напружень технологічні параметри отримання покриття забезпечують безпечний рівень залишкових напружень у ньому.

ВИСНОВКИ

Запропонований розрахунково-експериментальний метод дозволяє встановити значення залишкових напружень у вакуум-плазмових покриттях на підложках з ПКНБ та виділити їхні структурну та термічну складові.

Показано, що у разі збільшення товщини покриття з TiNbN, нанесеного на ПКНБ “Борсиніт”, з 1,0 до 2,5 мкм залишкові напруження зростають з –825 до –1933 МПа.

Визначений рівень залишкових напружень у покритті за умови його нанесення на підложку із ПКНБ свідчить про те, що він є безпечним з точки зору можливого когезійного руйнування.

ФІНАНСУВАННЯ

Роботу виконано за фінансової підтримки Національного фонду досліджень України в рамках виконання проєкту “Створення композитів на основі кубічного нітриду бору із захисними наноструктурними покриттями, вивчення їхніх фізико-механічних та експлуатаційних властивостей в умовах формування виробів авіаційної техніки” (реєстраційний номер проєкту 2022.01/0046) (проєкт-переможець конкурсу “Наука для відбудови України у воєнний та повоєнний періоди”).

КОНФЛІКТ ІНТЕРЕСІВ

Автори заявляють, що вони не мають конфлікту інтересів.

S. A. Klymenko, A. S. Manokhin, S. An. Klymenko,
Yu. O. Melniychuk, V. V. Belorusets, S. P. Starik, A. O. Chumak,
M. Yu. Kopeikina, S. V. Riabchenko
Bakul Institute for Superhard Materials,
National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
Determination of residual stresses in protective coatings
on the substrate made of PCBN

The experimental and computational approach to the assessment of residual stresses in thin vacuum-plasma protective coatings on PCBN tools has been improved, taking into account the presence of thermal and structural components in the stresses. The calculation of stresses in the coating has been carried out taking into account experimental data on the deformation of the model sample, the structural and thermally determined components of residual stresses in the TiNbN coating have been identified. A functional dependence has been found between the deformation of the model sample, the temperature of coating formation, Young's modulus and the magnitude of residual stresses in the coating.

Keywords: coating, residual stresses, thermal and structural components, modelling, PCBN.

1. Клименко С.А., Манохин А.С., Копейкина М.Ю., Клименко С.Ан., Мельнийчук Ю.А., Чумак А.А. Высокопроизводительная чистовая лезвийная обработка деталей из сталей высокой твердости. Киев, 2018. 304 с.
2. Манохін А.С., Клименко С.А., Береснев В.М., Клименко С.Ан., Копейкіна М.Ю., Столбовой В.О. Литовченко С.В. Різальні інструменти з композитів на основі кубічного нітриду бору з покриттям. Київ, 2023. 175 с.
3. Breidenstein B., Denkena B. Significance of residual stress in PVD-coated carbide cutting tools. *CIRP Annals*. 2013. Vol. 62, no. 1. P. 67–70.
4. Abadias G., Chason E., Keckes J., Sebastiani M., Thompson G.B., Barthel E., Martinu L. Review Article: Stress in thin films and coatings: Current status, challenges, and prospects. *J. Vacuum Sci. Technol. A: Vacuum, Surf. Films*. 2018. Vol. 36, no. 2, art. 020801.
5. Skordaris G., Bouzakis K.D., Kotsanis T., Charalampous P., Bouzakis E., Breidenstein B., Denkena B. Effect of PVD film's residual stresses on their mechanical properties, brittleness, adhesion and cutting performance of coated tools. *CIRP J. Manufact. Sci. Technol*. 2017. Vol. 18. P. 145–151.
6. Oettel H., Wiedemann R. Residual stresses in PVD hard coatings. *Surf. Coat. Technol*. 1995. Vol. 76–77. P. 265–273.
7. Gonzalo O., Navas V.G., Coto B., Bengoetxea I., de Gopegi U.R., Etxaniz M. Influence of the coating residual stresses on the tool wear. *Proc. Eng*. 2011. Vol. 19. P. 106–111.
8. Kumar M., Mitra R. Effect of substrate temperature and annealing on structure, stress and properties of reactively co-sputtered Ni–TiN nanocomposite thin films. *Thin Solid Films*. 2017. Vol. 624. P. 70–82.
9. Escobar D., Ospina R., Gómez A.G., Restrepo-Parra E. Microstructure, residual stress and hardness study of nanocrystalline titanium–zirconium nitride thin films. *Ceram. Int*. 2015. Vol. 41, no. 1. P. 947–952.
10. Carvalho N.J., Zoestbergen E., Kooi B., de Hosson J.T. Stress analysis and microstructure of PVD monolayer TiN and multilayer TiN/(Ti,Al)N coatings. *Thin Solid Films*. 2003. Vol. 429, nos. 1–2. P. 179–189.
11. Patro S.S., Roy S. Investigation of effect of residual stress and interlayer in PVD multilayer TiAlN coating by finite element analysis. *Inter. J. Comput. Mat. Sci. Surf. Eng*. 2020. Vol. 9, no. 3. P. 198–211.
12. Dobrzański L.A., Śliwa A., Kwaśn W. Employment of the finite element method for determining stresses in coatings obtained on high-speed steel with the PVD process. *J. Mat. Proc. Technol*. 2005. Vol. 164–165. P. 1192–1196.

13. Sarioglu C., Demirler U., Kazmanli M.K., Urgan M. Measurement of residual stresses by X-ray diffraction techniques in MoN and Mo₂N coatings deposited by arc PVD on high-speed steel substrate. *Surf. Coat. Technol.* 2005. Vol. 190, nos. 2–3. P. 8–24.
14. Lamastra F.R., Leonardi F., Montanari R., Casadei F., Valente T., Gusmano G. X-ray residual stress analysis on CrN/Cr/CrN multilayer PVD coatings deposited on different steel substrates. *Surf. Coat. Technol.* 2006. Vol. 200, nos. 22–23. P. 6172–6175.
15. Malhotra S.G., Rek Z.U., Yalisove S.M., Bilello J.C. Analysis of thin film stress measurement techniques. *Thin Solid Films.* 1997. Vol. 301. P. 45–54.
16. Сорока О.Б., Копейкіна М.Ю., Антонюк В.С., Клименко С.А. Остаточные напряжения в вакуум-плазменном покрытии (TiAl)N. *Вісник ДДМА.* 2007. № 3 (9). С. 23–32.
17. Колмогоров Г.Л. Способ определения остаточных напряжений в полосовых заготовках: а. с. 1675689 СССР, МКИ G01L1/00. *Бюл. № 33.* 1988.
18. Stoney G.G. The tensions of metallic films deposited by electrolysis. *Proc. R. Soc. Lond. A.* 1999. Vol. 88. P. 172–175.
19. Janssen G.C.A.M., Abdalla M.M., van Keulen F., Pujada B.R., van Venrooy B. Celebrating the 100th anniversary of the Stoney equation for film stress: developments from polycrystalline steel strips to single crystal silicon wafers. *Thin Solid Films.* 2009. Vol. 517. P. 1858–1867.
20. Сорока О.Б., Копейкіна М.Ю., Антонюк В.С., Клименко С.А. Оцінка залишкових напружень в вакуум-плазмових покриттях. *Вісник ЖДТУ. Технічні науки.* 2007. Vol. 3, no. 42. С. 41–45.
21. Feng J., Qin Y., Liskiewicz T.W., Beake B.D., Wang S. Crack propagation of a thin hard coating under cyclic loading: Irreversible cohesive zone model. *Surf. Coat. Technol.* 2021. Vol. 426, art. 127776.

Надійшла до редакції 11.09.24

Після доопрацювання 01.04.25

Прийнята до опублікування 05.04.25