

## 6. Podsumowanie i wnioski

Ustawicznym dążeniem projektantów materiałów narzędziowych jest wola opracowania i wytworzenia idealnego narzędzia, które wykazywałoby maksymalnie możliwą odporność na zużycie w warunkach pracy. Powszechność wykorzystywania takich produktów jak matryce do wyciskania sprawia, że koniecznym staje się nasilenie prac dotyczących nie tylko doboru właściwego materiału na narzędzia, lecz także technologii nanoszenia na nich nowoczesnych powłok zwiększających ich trwałość, jak również opracowanie i zweryfikowanie ich w warunkach przemysłowych.

Innowacyjny postęp w metodach intensywnego odkształcenia plastycznego metali (SPD), w szczególności w obszarze wyciskania, doprowadził do opracowania nowych postaci matryc pracujących w skrajnie niekorzystnych warunkach eksploatacyjnych. Jego specyfika stwarza zupełnie inne ograniczenia możliwości kształtowania produktu w jednej operacji niż ma to miejsce w przypadku pozostałych procesów obróbki plastycznej. Podczas wyciskania, większość metali nieżelaznych i ich stopów ma nieograniczoną zdolność do odkształceń plastycznych, wynikającą z możliwości trójosiowego ściskania z dużymi wartościami naprężeń. Wszelkie ograniczenia wynikają głównie ze względu na wytrzymałość i trwałość matryc [68, 184-186].

Właściwa interpretacja wzajemnych zależności pomiędzy własnościami i strukturą warstwy wierzchniej i podłoża oraz czynnikami zewnętrznymi pozwala w szerszej perspektywie dokonać analizy i precyzyjnej identyfikacji mechanizmów niszczenia, jakie występują w głównej mierze na powierzchni narzędzi. Kluczowym zagadnieniem wydaje się być także zapewnienie jednoczesnego rozwoju zarówno technologii wytwarzania i obróbki materiałów narzędziowych, a w szczególności technologii kształtowania i zabezpieczania ich powierzchni, co w konsekwencji pozwoli na zachowanie równowagi pomiędzy materiałem podłoża i powłoką ochronną.

Wyniki badań własnych oraz studiów literaturowych wskazują, że rozwiązania występujących problemów związanych z trwałością matryc do plastycznego kształtowania metali nieżelaznych pracujących w ekstremalnie trudnych warunkach eksploatacyjnych upatruje się głównie w kształtowaniu własności fizykochemicznych powierzchni narzędzi. Zastosowanie technologii obróbki powierzchniowej materiałów narzędziowych metodami fizycznego osadzania z fazy gazowej PVD, a w wyselekcjonowanych przypadkach i chemicznego CVD, dla uzyskania warstw o dużej odporności na zużycie, również w wysokiej temperaturze

pozwała na poprawę własności tych materiałów w warunkach wyciskania, m.in. w wyniku zmniejszenia współczynnika tarcia, poprawy warunków kontaktu trybologicznego w obszarze styku narzędzie-materiał obrabiany, a także zabezpieczenia przed zużyciem adhezyjnym.

Na podstawie analizy stosowania matryc w procesie wyciskania z rewersyjnie skręcaną matrycą, który jako jedyny pozwala na kształtowanie trudnoodkształcalnych materiałów metalicznych z bardzo dużymi stopniami przerobu przy niskiej temperaturze i ze znacznymi prędkościami oraz uwarunkowań trybologicznych układu matryca-wyciskany materiał zaistniała konieczność opracowania własnego programu badawczego. Umożliwia on zastosowanie skutecznej metodologii kształtowania i kontrolowania własności użytkowych narzędzi z naniesionymi na ich powierzchnię warstwami ochronnymi (rys. 14, 108). Algorytm postępowania zawiera podstawowe etapy obejmujące niezbędne do wykonania technologii oraz badania struktury i własności matrycy.

W świetle dotychczas przeprowadzonych badań za uzasadnioną należy uznać tezę, że o trwałości matrycy do plastycznego kształtowania metali w procesie wyciskania modyfikowanych poprzez wytwarzanie powłok ochronnych o złożonej strukturze wielowarstwowej decyduje prawidłowe ukształtowanie struktury, własności mechanicznych i trybologicznych oraz synergia poszczególnych warstw.

We wstępnym etapie opracowano technikę kształtowania przyjętej do badań postaci matrycy, co wymagało przeprowadzenia analizy i wstępnych eksperymentów weryfikujących jej cechy materiałowe i użytkowe. Do ustalenia kształtu i cech użytkowych matrycy wykorzystano wieloletnie doświadczenie Katedry Struktury i Mechaniki Ciała Stałego Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie.

Zwiększenie trwałości eksploatacyjnej i użytkowej wykonanych matryc ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1 możliwe jest w wyniku modyfikacji ich warstwy wierzchniej techniką osadzania z fazy gazowej, co udowodniono w ramach obszernych badań własnych. W celu uzyskania odpowiednich własności dobór warunków wytwarzania warstw ustalono na podstawie wstępnych badań mikrotwardości oraz odporności trybologicznej.

Dla przyjętej postaci matrycy z wytworzonymi warstwami ochronnymi wykonano analizę numeryczną układu matryca-wyciskany materiał. Modelowanie tego układu ze względu na współzależność siły wyciskania, momentu skręcającego, prędkości wyciskania, jak również dwóch dodatkowych parametrów, tj. kąta i częstotliwości skręcania matrycy jest zagadnieniem złożonym. Obliczenia pozwoliły na wyznaczenie rozkładu naprężeń zredukowanych, zarówno

w warstwach, jak i matrycy oraz rozkładu przemieszczeń poszczególnych elementów, co przedstawiono w p. 5.1 (rys. 26-30).

Najistotniejszym dla tak postawionej tezy było porównanie trwałości matryc pokrytych opracowanymi powłokami w warunkach eksploatacyjnych. Badania kinetyki wyciskania metodą KOBO, jak i wpływu warunków procesu na trwałość matryc i własności mechaniczne uzyskiwanych produktów stały się przesłankami do wyboru parametrów eksperymentów przeprowadzanych na potrzeby niniejszego opracowania. Zrezygnowano z kosztownych i czasochłonnych badań polegających na wyciskaniu materiałów przy standardowo stosowanych warunkach procesu. Wykonano natomiast badania w ekstremalnie trudnych warunkach, niespotykanych (ale mogących zaistnieć) zarówno w praktyce przemysłowej jak i w badaniach laboratoryjnych, ze względu na stosowanie wysokich prędkości wyciskania, jak również dużych stopni przerobu. Do wyciskania, na podstawie wyników badań wstępnych wyselekcjonowano odpowiednie powłoki oraz użyto stop EN AW-7075 należący do grupy materiałów trudnoodkształcalnych. Z przeprowadzonych eksperymentów wynika, że w przypadku matryc z wytworzonymi na ich powierzchni warstwami CrAlSiN+DLC oraz AlTiCrN+DLC stwierdzono 3-krotny wzrost trwałości eksploatacyjnej w porównaniu do matryc stosowanych standardowo podczas wyciskania, czyli ulepszanych cieplnie i azotowanych (tabl. 10, 11). Jakość powierzchni wyciskanego stopu jest bardzo dobra (rys. 47). Przeprowadzone obserwacje wykazały, że głównymi formami zniszczenia analizowanych matryc jest zużycie ściernie oraz ścierno-adhezyjne.

Dotychczas prowadzone prace [54, 56, 145] wskazują na zależności pomiędzy własnościami mechanicznymi materiałów wyciskanych a warunkami procesu. Wynika z nich, że własności mechaniczne silnie zależą od sposobu i warunków wyciskania. Produkty wyciskane w sposób konwencjonalny cechują się stabilnością własności mechanicznych na ich długości. W procesie wyciskania metodą KOBO istnieją dwa dodatkowe parametry tj. kąt i częstotliwość skręcania matrycy. Zmieniając częstotliwość rewersyjnego skręcania matrycy można bezpośrednio ingerować w przebieg procesu. Eksperymenty związane z bezpośrednim pomiarem temperatury w trakcie wyciskania zarówno w sposób konwencjonalny jak i metodą KOBO dowiodły, że siła wyciskania jest czynnikiem warunkującym poziom własności wytrzymałościowych i plastycznych materiału, a także ich stabilność na długości badanego produktu [49, 54, 145, 187-189]. Przeprowadzone eksperymenty potwierdziły słuszność prowadzenia wyciskania metodą KOBO ze stałą siłą. Najwyższymi własnościami wytrzymałościowymi cechują się druty

wyciskane przy użyciu matryc z powłokami AlTiCrN+DLC oraz CrASiN+DLC. Stosowanie opracowanych powłok umożliwia uzyskiwanie stabilnych i jednorodnych własności na całej długości badanych produktów. Wymaga to jednak odpowiedniego doboru warunków wyciskania.

W niniejszej pracy zastosowano sztuczne sieci neuronowe do modelowania zależności między warunkami wyciskania metodą KOBO, a własnościami gotowego produktu: umowną granicą plastyczności  $R_{0,2}$ , wytrzymałością na rozciąganie  $R_m$  i wydłużeniem  $A$  (tablica 12, rys. 50-60). Wykorzystano wyniki prac własnych, a także dane zawarte w pracy [190]. Zbliżone wartości wskaźników oceny jakości obliczone odpowiednio dla zbiorów: uczącego i walidacyjnego potwierdzają zdolność uogólnienia wiedzy pozyskanej podczas procesu uczenia. Opracowany model może być stosowany do obliczania własności produktów z aluminium i jego stopów wytworzonych podczas wyciskania metodą KOBO.

W celu pełnej charakterystyki użytkowej i eksploatacyjnej analizowanych powłok wykonano test odporności na zużycie ściernie powłok metodą kula-tarcza (rys. 101-104, tabl. 22-23). W wyniku przeprowadzonych badań stwierdzono, że najmniejszą wartość współczynnika tarcia wykazują powłoki z warstwą niskotarciową DLC, co koresponduje z danymi uzyskanymi z prób wyciskania, gdzie największą trwałość eksploatacyjną stwierdzono również w odniesieniu do powłok z warstwą DLC.

O przydatności proponowanych powłok modyfikujących powierzchnie robocze matryc w znacznym stopniu decyduje ich skład chemiczny oraz struktura. Dlatego w kolejnym etapie pracy wykonano badania składu chemicznego i struktury poszczególnych warstw. Mała grubość wytworzonych warstw PVD oraz niskotarciowych wymagała zastosowania metod badawczych charakteryzujących się dużą dokładnością pomiarową.

Analiza składu chemicznego wykonana metodą spektroskopii fotoelektronów wzbudzonych promieniowaniem rentgenowskim wykazała w przypadku warstw wytworzonych techniką PVD równowagowe stężenie azotu i pierwiastków metalicznych tworzących warstwy. W przypadku warstwy DLC zmienne stężenie krzemu na przekroju poprzecznym warstwy (rys. 76-78, tablica 13) stwarza dodatkowe możliwości zwiększenia własności mechanicznych i użytkowych. Strefa zewnętrzna – warstwa amorficznego uwodornionego węgla a-C:H, charakteryzująca się brakiem krzemu, wykazuje niski współczynnik tarcia. Zwiększenie stężenia Si w strefie wewnętrznej, powoduje uzyskanie warstwy a-C:H:Si, o niskiej wartości naprężeń wewnętrznych, zwiększonej odporności na działanie wysokiej temperatury oraz lepszej adhezji, co jest szczególnie istotne ze względu na bezpośrednie przyleganie do twardej warstwy

azotkowej. Badania z użyciem transmisyjnej mikroskopii elektronowej wykazały amorficzny charakter warstw niskotarciowych DLC oraz MoS<sub>2</sub>. W przypadku warstw wytworzonych techniką PVD wielkość i kształt ziarn określono w oparciu o strukturę otrzymaną przy wykorzystaniu techniki pola ciemnego oraz na podstawie uzyskanych dyfrakcji elektronowych, które świadczyły o nanokrystalicznej strukturze analizowanych warstw i wielkości ziarn mieszczących się w przedziale od 5 do 10 nm. W przypadku warstwy CrAlSiN zaobserwowano małe krystaliczne ziarna o wielkości kilku nanometrów osadzonych w amorficznej osnowie Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, co może świadczyć o strukturze nanokompozytowej tej warstwy [191-194]. Analiza stanu chemicznego pierwiastków dokonana na podstawie badań techniką spektroskopii AES i XPS świadczy o wysokiej jakości chemicznej wytworzonych warstw.

Zastosowanie mikroskopii sił atomowych pozwoliło ustalić chropowatość powierzchni powłok oraz określić współczynnik rozwinięcia powierzchni.

Analiza składu fazowego warstwy DLC metodą spektroskopii ramanowskiej ujawniła obecność wiązań charakterystycznych dla diamentu (typu sp<sup>3</sup>) oraz grafitu (sp<sup>2</sup>), co nie odbiega od danych przytaczanych w literaturze [195-197].

Ostatnim etapem prac laboratoryjnych była ocena przyczepności opracowanych powłok do materiału podłoża. Istotą wysokiej przyczepności wytworzonych powłok do powierzchni matryc oraz między poszczególnymi warstwami w powłokach, jak również możliwości ich synergicznego współdziałania jest istnienie stref przejściowych w przypadku każdej z powłok, które zostały dokładnie scharakteryzowane w p. 5.3. z wykorzystaniem mikroskopii elektronowej transmisyjnej i skaningowej (rys. 75-83), jak również w p. 5.4. z wykorzystaniem spektroskopii fotoelektronów rentgenowskich (XPS) i elektronów Augera (AES) – rys. 85-86, oraz w p. 5.5. z zastosowaniem spektroskopu wyładowania jarzeniowego (GDOS) – rys. 90-91. Wykonane badania wskazują na istnienie obszarów przejściowych o zmiennym stężeniu pierwiastków występujących pomiędzy poszczególnymi warstwami tworzącymi strefy przejściowe, wpływających na zwiększenie przyczepności nanoszonych powłok do podłoża. Należy sądzić, że obszary te tworzą się przy udziale dyfuzji [198-200]. Ich powstanie można także wiązać z działaniem jonów o dużej energii powodujących przemieszczanie się pierwiastków w strefie połączenia, zwiększenie desorpcji powierzchni oraz powstawanie defektów w podłożu lub poszczególnych warstwach, co odnotowano także w pracach [201, 202]. Z istnieniem stref przejściowych należy wiązać dobrą przyczepność do podłoża naniesionych powłok. Świadczyć o tym mogą wysokie wartości obciążenia krytycznego L<sub>C2</sub>

(rys. 97-98, tabl. 21) analizowanych powłok. Mechanizm uszkodzenia warstw ujawniony w wyniku przeprowadzenia testu przyczepności związany jest z pęknięciami w kształcie łuku wywołanymi rozciąganiem oraz złuszczeniem występującym na dnie tworzącej się rysy.

Pomiary naprężeń wewnętrznych analizowanych powłok wykonano metodą rentgenowską  $\sin^2\psi$  oraz multirefleksyjną metodą  $g\text{-}\sin^2\psi$ . We wszystkich badanych powłokach występują ujemne (ściskające) naprężenia wewnętrzne (tabl. 20), mające istotny wpływ na wzrost własności trybologicznych oraz wytrzymałościowych, w tym przyczepności powłok do podłoża, co jest zgodne z wcześniejszymi doniesieniami literaturowymi [172, 183, 203].

Analizę tekstury badanych powłok wykonano metodą figur biegunowych. W prezentowanej pracy wykonano pełną analizę rozkładu orientacji dla warstw wytworzonych techniką PVD, przeprowadzając jakościową i ilościową analizę tekstury. Badania rentgenowskie wykazały uprzywilejowaną orientację ich wzrostu  $\langle 311 \rangle$  zróżnicowaną pod względem udziałów objętościowych zidentyfikowanych składowych tekstury.

Przeprowadzone liczne interdyscyplinarne badania i analizy z zakresu materiałoznawstwa, technologii wytwarzania oraz technik komputerowych potwierdziły słuszność przyjętej w rozprawie tezy. Uzyskane wyniki dały podstawę do ukształtowania struktury i własności trybologicznych matryc kontrolowanymi warunkami procesu technologicznego. Stwierdzić można, że uzyskano wymaganą finalną jakość i trwałość narzędzi do plastycznego kształtowania metali w procesie wyciskania, którą sprawdzono w warunkach eksploatacyjnych.

Oryginalnym osiągnięciem było opracowanie wytwarzanej w jednym procesie dwuwarstwowej powłoki, składającej się z wewnętrznej twardej warstwy PVD zapewniającej odpowiednią twardość, wytrzymałość, małą przewodność cieplną i ograniczającą wpływ czynników zewnętrznych na proces niszczenia matrycy do wyciskania metali nieżelaznych oraz zewnętrznej warstwy niskotarciowej zapewniającej dobre własności trybologiczne, co w połączeniu z odpowiednim ukształtowaniem strefy przejściowej pomiędzy materiałem podłoża a powłoką, jak również pomiędzy poszczególnymi warstwami w powłoce, zapewniającej odpowiednio wysoką przyczepność, umożliwiło zwiększenie trwałości eksploatacyjnej matrycy, co zostało wykazane w pracy.

Zarówno interpretacja fizykalna zjawisk towarzyszących tworzeniu i eksploatacji warstw wierzchnich, wykonane badania struktury i własności oraz charakteru połączenia występującego pomiędzy opracowanymi warstwami a rdzeniem pokrytego narzędzia, jak również otrzymane

rezultaty z przeprowadzonych prób wyciskania stanowią znaczący wkład do wiedzy o materiałach narzędziowych z ukonstytuowanymi na ich powierzchni warstwami o dużej odporności na zużycie oraz procesach plastycznego kształtowania metali nieżelaznych.

Na podstawie otrzymanych wyników badań eksperymentalnych oraz wykonanych analiz sformułowano następujące wnioski:

1. Dowiedziona została teza pracy, gdyż wykazano, że wymagane cechy użytkowe matryc do plastycznego kształtowania metali w procesie wyciskania są efektem prawidłowego ukształtowania struktury, własności mechanicznych i trybologicznych powłok typu twarda warstwa nanokrystaliczna – cienka warstwa niskotarciowa w wyniku synergicznego ich współdziałania w procesie eksploatacji.
2. Wytworzenie na powierzchni narzędzi do plastycznego kształtowania metali nieżelaznych w procesie wyciskania warstw spełniających ściśle określone funkcje przy jednoczesnym prawidłowym ukształtowaniu strefy połączenia między podłożem a powłoką, jak również pomiędzy poszczególnymi warstwami w powłokach oraz korzystny rozkład naprężeń zapewniają zwiększenie przyczepności powłok do materiału podłoża oraz wzrost trwałości matryc w trakcie eksploatacji.
3. Potwierdzono skuteczność narzędzi komputerowych w obszarze inżynierii materiałowej. Analiza numeryczna układu powłoka – materiał podłoża z wykorzystaniem metody elementów skończonych w warunkach symulujących proces wyciskania umożliwiła dobór cech geometrycznych oraz własności materiału przeznaczonego na matryce, którego poprawność została zweryfikowana w testach eksploatacyjnych. Opracowane wykresy wpływu warunków wyciskania na wartość siły wyciskania i momentu skręcającego, wpływu warunków procesu na własności produktu, a także wpływu temperatury, częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy i prędkości stempla na własności produktu z wykorzystaniem sieci neuronowych pozwoliły na opracowanie modelu zależności pomiędzy własnościami aluminium i jego stopów wytworzonych podczas wyciskania metodą KOB0, a warunkami wyciskania. Wyniki otrzymane w odpowiedzi sieci, umożliwiły pełną integrację wiedzy materiałoznawczej i narzędzi informatycznych, wykazując zgodność modelu po symulacji z wynikami wykonanych eksperymentów, co również potwierdza słuszność przedstawionych analiz komputerowych eliminujących konieczność wykonywania kosztownych i czasochłonnych badań doświadczalnych.

4. Badania eksploatacyjne matryc do plastycznego kształtowania metali nieżelaznych z naniesionymi na ich powierzchnię powłokami w warunkach pracy wskazują nie tylko na wzrost trwałości pokrytych nimi elementów, ale również na wzrost własności wytrzymałościowych wyciskanych produktów z metali nieżelaznych w zależności od zastosowanego typu powłoki.