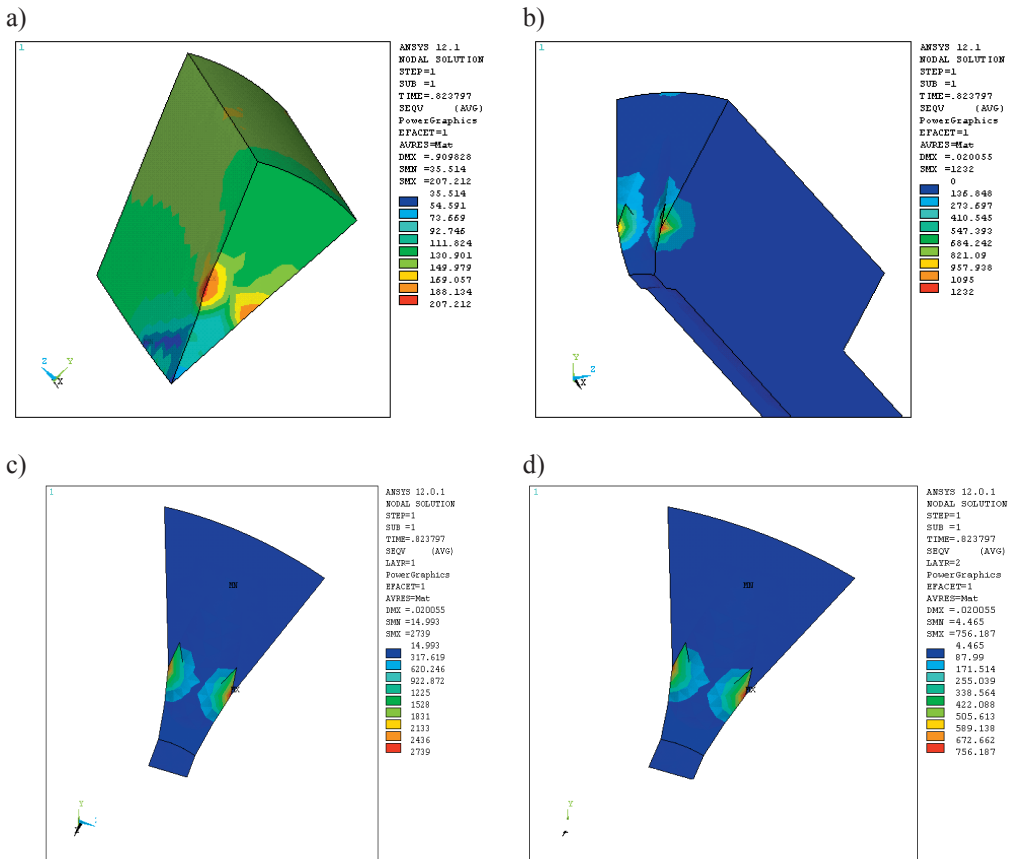


5. Omówienie wyników badań

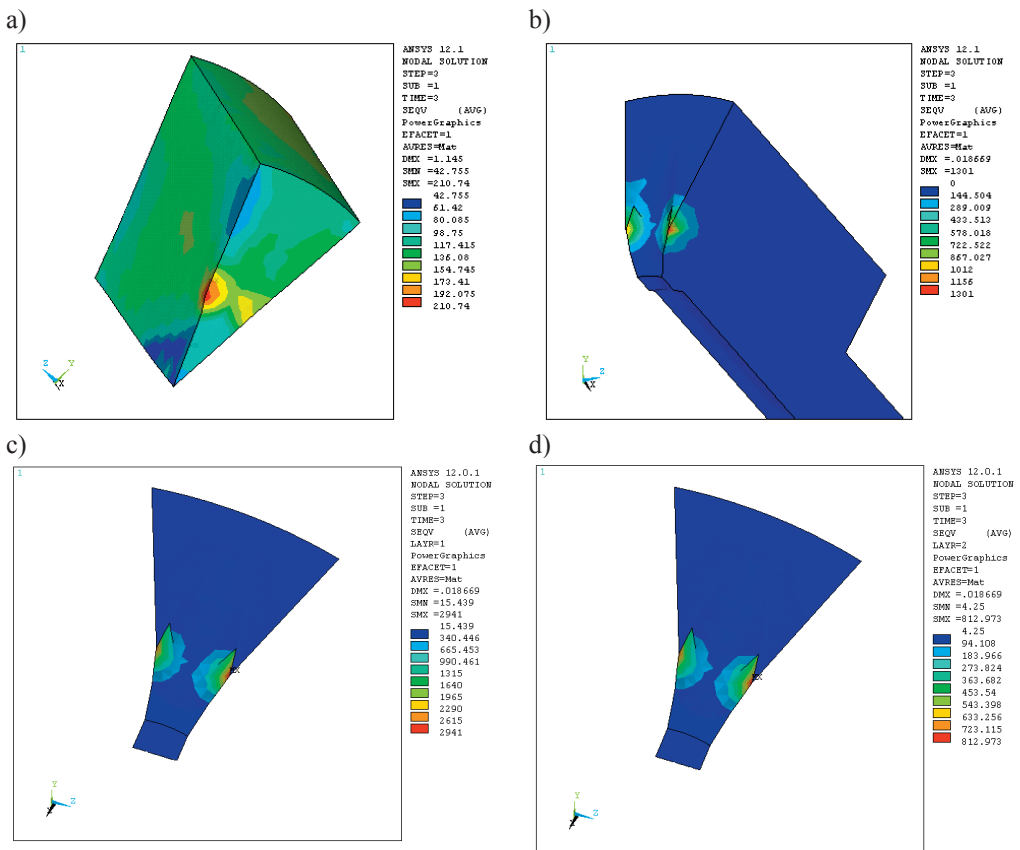
5.1. Wyniki analizy numerycznej

W pierwszym etapie określono rozkład naprężeń w matrycy, w wytworzonych na jej powierzchni warstwach azotkowej oraz niskotarciowej, jak również w odkształcanym materiale (stop aluminium EN AW-7075) podczas wyciskania metodą KOBO z rewersyjnie skręcaną matrycą. Wyznaczono wartość naprężeń zredukowanych wg hipotezy Hubera-Misesa w miejscach o największym wyężeniu analizowanych elementów układu.



Rysunek 26. Rozkład naprężeń zredukowanych: a) w wyciskanym materiale, b) matrycy, c) twardej warstwie wewnętrznej, d) zewnętrznej warstwie niskotarciowej po czasie 1 s trwania symulacji

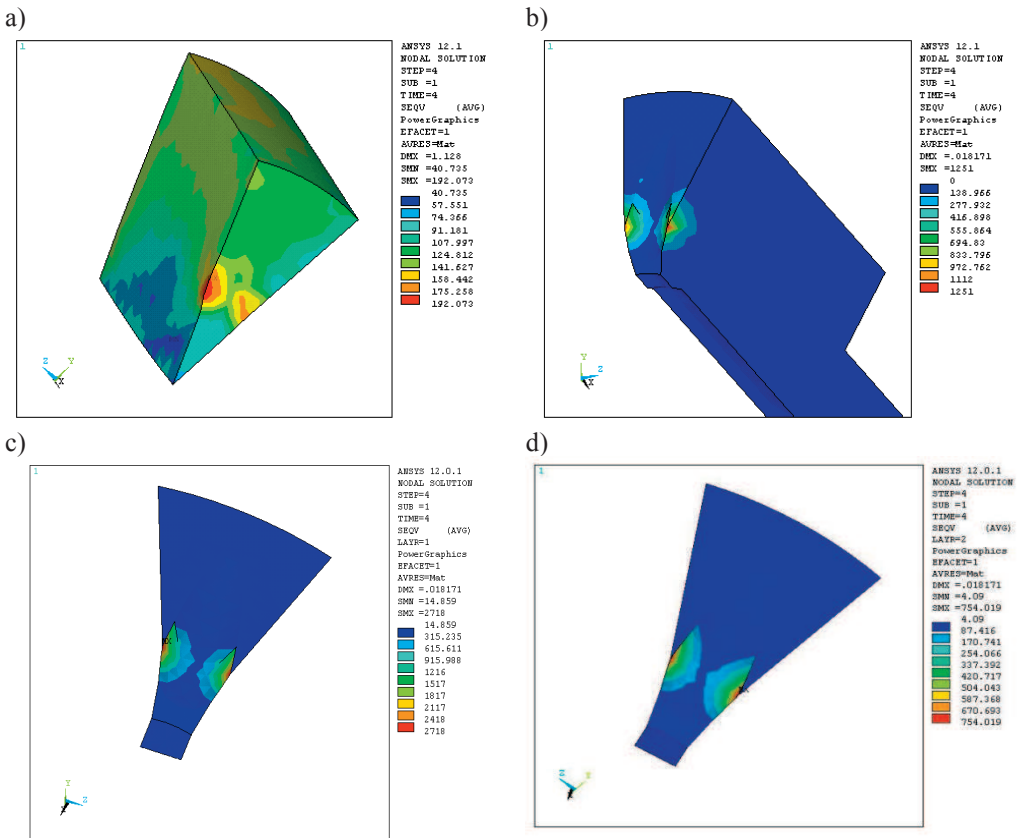
W czasie 1 s następuje docisk siłą rozłożoną w postaci ciśnienia na powierzchnię czołową matrycy. Od czasu 2 s następuje symulacja wyciskania z rewersyjnie skręcaną matrycą. Rotacja zachodzi w wyniku zadanego przemieszczenia, skalując go funkcją harmoniczną $ROT_x = \cos(x)$. Przeprowadzona po czasie 1, 3, 4, i 5 s symulacja zgodnie z przyjętymi warunkami wyciskania, takimi jak prędkość wyciskania, częstość ruchu skrętnego matrycy oraz kąt skręcenia pozwoliła na uzyskanie rozkładu naprężeń w strefie kontaktu matryca-powłoka-wyciskany materiał. Naprężenia te w formie rozkładu naprężeń zredukowanych przedstawiono na rysunkach 26-28, natomiast na rysunku 29 przedstawiono naprężenia występujące dla całościowego modelu geometrycznego układu.



Rysunek 27. Rozkład naprężeń zredukowanych: a) w wyciskającym materiale, b) matrycy, c) twardej warstwie wewnętrznej, d) zewnętrznej warstwie niskotarciowej po czasie 3 s trwania symulacji

Analiza uzyskanych wyników wskazuje, że dla zewnętrznej warstwy niskotarciowej maksymalna wartość naprężeń zredukowanych inicjowanych działaniem sił zewnętrznych podczas wyciskania wynosi 700 MPa, natomiast dla twardej warstwy azotkowej – 2600 MPa. W obu przypadkach maksymalne wartości naprężeń usytuowane były na krawędziach rowków wykonanych na czołowej powierzchni matryc, których celem jest zwiększenie intensywności odkształcenia (ścianania, skręcania) wyciskanego materiału poprzez przeniesienie momentu skręcającego z matrycy na materiał.

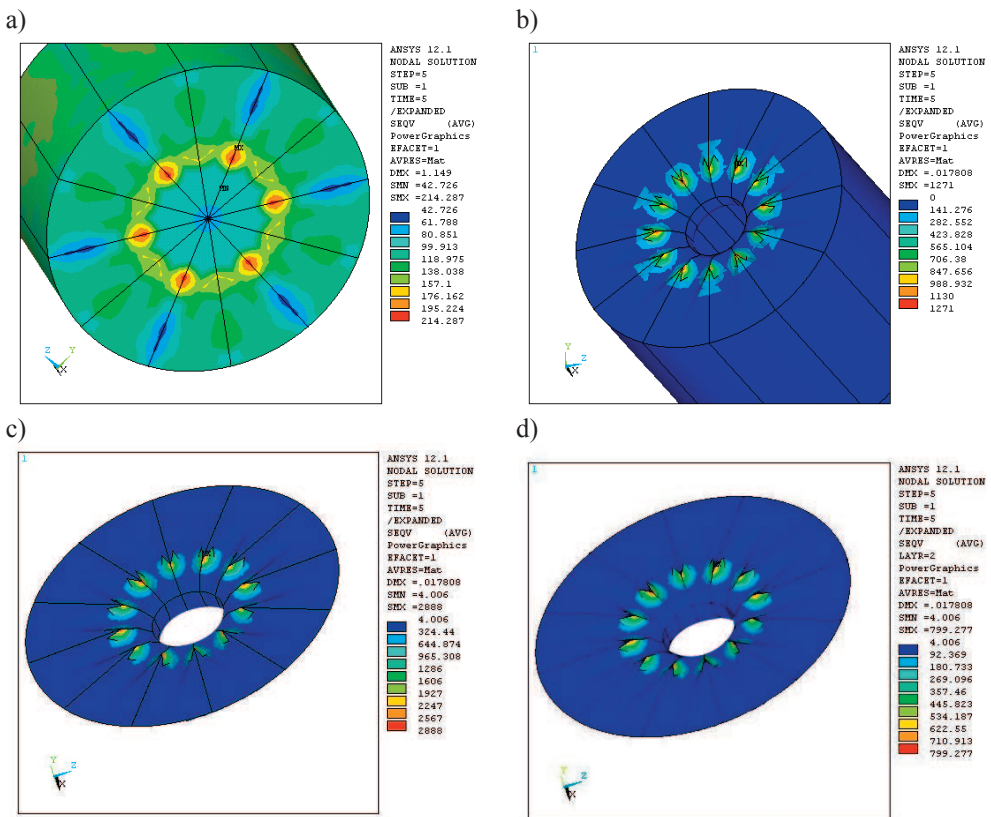
Wyniki wcześniejszych prac [69, 142, 143] wskazują, że w procesach wyciskania rozkład naprężeń w matrycy w wyniku działania sił zewnętrznych zależy od wielu czynników, m.in.



Rysunek 28. Rozkład naprężeń zredukowanych: a) w wyciskanym materiale, b) matrycy, c) twardej warstwie wewnętrznej, d) zewnętrznej warstwie niskotarciowej po czasie 4 s trwania symulacji

sposobu wyciskania, rodzaju wyciskanego materiału, siły wyciskania, wielkości wlewka, szybkości wyciskania, itp. Dla aluminium oraz innych powszechnie kształtowanych plastycznie metali i ich stopów wartości naprężeń inicjowanych działaniem sił zewnętrznych zawierają się w przedziale 600-1500 MPa. Prawidłowe oddziaływanie powłok wymaga, żeby geometria i własności pokrywanej powierzchni narzędzia w trakcie eksploatacji nie ulegały zmianie.

W przypadku analizowanej matrycy wykonanej ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1 stosowanej w procesie wyciskania stopu EN AW-7075 metodą KOBO maksymalna wartość naprężeń zredukowanych wynosiła 1100-1200 MPa. Podobnie jak w przypadku analizowanych warstw, maksymalne wartości naprężeń usytuowane były na krawędziach

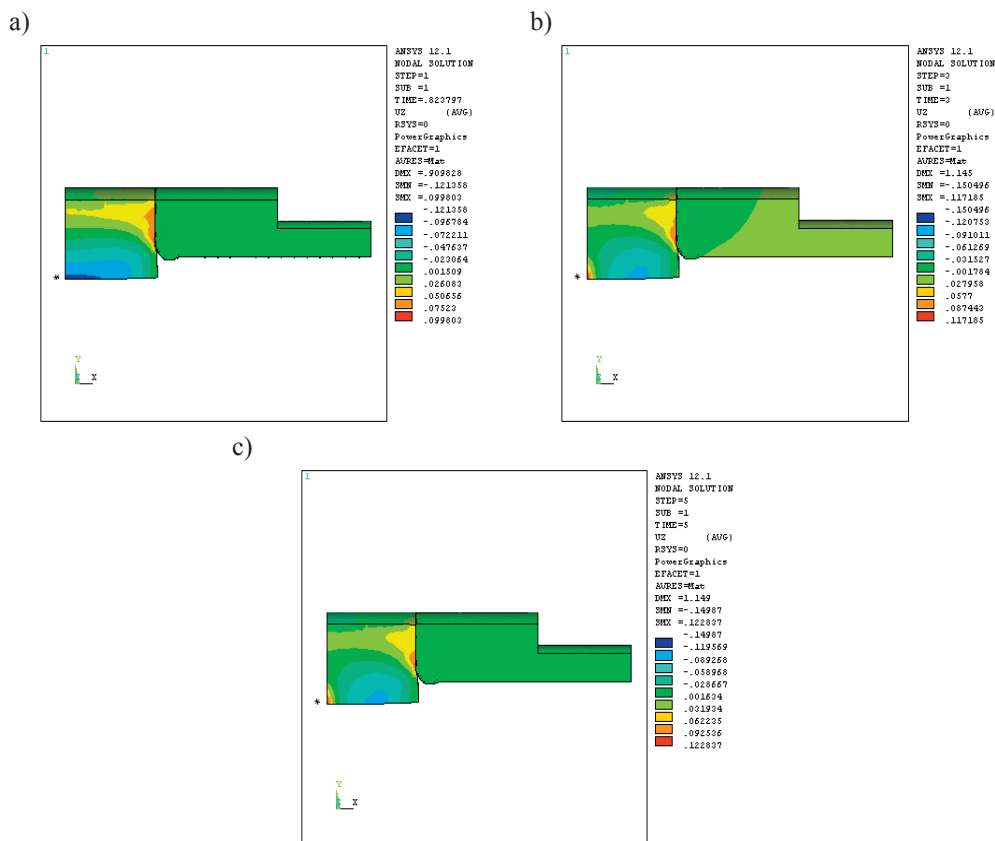


Rysunek 29. Rozkład naprężeń zredukowanych: a) w wyciskanym materiale, b) matrycy, c) twardej warstwie wewnętrznej, d) zewnętrznej warstwie niskotarciowej po czasie 5 s trwania symulacji

rowków wykonanych na jej powierzchni czołowej. Wartość granicy plastyczności typowych gatunków stali stosowanych na matryce do wyciskania przedstawionych w tablicy 4 wskazuje,

Tablica 4. Granica plastyczności wybranych gatunków stali narzędziowej do pracy na gorąco w temperaturze otoczenia i podwyższonej (opracowano według materiałów informacyjnych firmy Böhler oraz danych zaczerpniętych z [144])

Gatunek stali	Granica plastyczności R_e , MPa				
	25°C	300°C	400°C	500°C	600°C
X38CrMoV5-1	1400	1200	1100	900	600
X40CrMoV5-1	1400	1200	1100	950	600
X32CrMoCoV12-28	1370	1180	1080	950	650
X38CrMoV5-3	1400	1200	1150	980	630



Rysunek 30. Rozkład przemieszczeń elementów modelu po czasie: a) 1 s, b) 3 s, c) 5 s trwania symulacji

że do temperatury 300-400°C odkształcenie plastyczne materiału matrycy jest niemożliwe z powodu akceptowalnych wartości naprężeń inicjowanych w trakcie wyciskania, nieprzekraczających wartość granicy plastyczności stali stosowanych na matryce.

Podczas wyciskania „na zimno” metodą KOBO realizowane jest znaczne odkształcenie plastyczne, któremu towarzyszy wzrost temperatury wsadu do około 300°C, co również nie wpływa na własności wytrzymałościowe stali, z której wykonano matrycę. Natomiast w przypadku wyciskania „na gorąco” następuje wzrost temperatury wsadu powyżej 400°C. Jednak mały współczynnik przewodności cieplnej zastosowanych warstw wewnętrznych oraz ich duża odporność na utlenianie w podwyższonej temperaturze skutecznie ograniczają wpływ temperatury zewnętrznej na materiał matrycy.

W przypadku, gdy temperatura powierzchni matrycy podczas wyciskania osiągnie 500°C, wartość granicy plastyczności dla stali jest mniejsza niż 1000 MPa, co może być przyczyną odkształcenia plastycznego materiału matrycy.

Analizie poddano również rozkład przemieszczeń elementów modelu odpowiednio po czasie 1, 3, i 5 s. Wartości uzyskanych przemieszczeń przedstawiono na rysunku 30.

5.2. Wyniki badań trwałości eksploatacyjnej matrycy

Badania trwałości eksploatacyjnej matrycy do plastycznego kształtowania metali nieżelaznych z naniesionymi na ich powierzchnię powłokami przeprowadzono podczas wyciskania z rewersyjnie skręcaną matrycą (KOBO) ze względu na ekstremalnie trudne warunki pracy.

Dotychczasowe badania prowadzone nad wyciskaniem metali i stopów metodą KOBO skupiały się na zjawiskach związanych z kinetyką procesu oraz własnościami mechanicznymi. Dowiedziono, że w trakcie wyciskania materiał zachowuje się jak lepka ciecz. Zastosowanie dodatkowego cyklicznego skręcania matrycy powoduje silne obniżenie siły wyciskania. Związane jest to z ponadrównowagowym generowaniem defektów punktowych w wyniku przecinania się dyslokacji [56, 145].

Wstępne badania eksploatacyjne przeprowadzone na matrycach pokrytych jednowarstwowymi azotkowymi powłokami nanokrystalicznymi wytworzonymi techniką PVD oraz dwuwarstwowymi powłokami składającymi się z nanokrystalicznej warstwy azotkowej z dodatkową warstwą niskotarciową przedstawionymi na rysunku 16, jak również badania kinetyki wyciskania metodą KOBO oraz wpływu typu powłok i warunków procesu na własności

mechaniczne uzyskiwanych produktów stały się przesłankami do wyboru warunków przeprowadzenia dalszych eksperymentów szczegółowych.

W wyniku wstępnych badań stwierdzono, że trwałość matryc pokrytych jednowarstwowymi powłokami nanokrystalicznymi wzrasta tylko w niewielkim stopniu w porównaniu z matrycami stosowanymi obecnie w procesach wyciskania, obrabianymi konwencjonalnie w wyniku obróbki cieplnej lub cieplno-chemicznej. Również tendencja do przywierania materiału wyciskanego do powierzchni matryc stanowiła istotny problem w przypadku jednowarstwowymi powłok azotkowych. Natomiast rezultaty uzyskane dla powłok dwuwarstwowymi (z dodatkowo naniesioną warstwą niskotarciową) wykazały celowość prowadzenia kolejnych eksperymentów, stąd do dalszych badań wytypowano matryce z naniesionymi warstwami:

- CrN+DLC,
- AlCrSiN+DLC,
- AlCrSiN+MoS₂,
- AlTiCrN+DLC.

Wyciskaniu poddano stop aluminium EN AW-7075 ze względu na jego utrudnioną odkształcalność. Dodatkowo dla celów porównawczych przeprowadzono badania dla tradycyjnie stosowanych matryc w procesie wyciskania, których własności użytkowe zwiększa się w wyniku obróbki cieplnej (hartowanie i wysokie odpuszczanie) lub cieplno-chemicznej (azotowanie).

Pierwszym etapem było wyciskanie stopu aluminium EN AW-7075 ze stałą częstotliwością skręcania matrycy. Ustalono następujące warunki procesu:

- stała prędkość wyciskania $v=0,5$ mm/s,
- stała geometria wsadu $\phi 40 \times 40$ mm,
- stały stopień przerobu $\lambda=100$ – średnica produktu $\phi 4$ mm,
- stała częstotliwość skręcania matrycy $f=5$ Hz,
- stały kąt skręcania $\gamma=\pm 8^\circ$,
- stała początkowa temperatura wsadu i recypienta 24°C ,
- swobodne chłodzenie produktu na powietrzu,
- zmienna siła wyciskania.

Dobór tych parametrów miał na celu prowadzenie wyciskania w ekstremalnie trudnych warunkach. Zarówno w praktyce przemysłowej jak i w badaniach laboratoryjnych nie stosuje się jeszcze tak wysokich prędkości wyciskania, jak również stopni przerobu, zwłaszcza

prowadząc proces bez wstępnego nagrzewania materiału. Na uwagę zasługuje również fakt, że dysponowano prasą o nominalnym nacisku 1 MN. Po tym etapie dokonano analizy zużycia powłok naniesionych na powierzchnię matryc oraz pomiaru własności mechanicznych uzyskanych drutów w trakcie wyciskania.

W drugim etapie wyciskanie prowadzono ze stałą siłą w celu uzyskania jednorodnych własności mechanicznych na długości drutów. Ustalono następujące warunki procesu:

- stała prędkość wyciskania $v=0,5$ mm/s,
- stała geometria wsadu $\phi 40 \times 40$ mm,
- stały stopień przerobu $\lambda=100$ – średnica produktu $\phi 4$ mm,
- stała siła wyciskania na poziomie ok. 0.95 MN,
- stały kąt skręcania $\gamma=\pm 8^\circ$,
- stała początkowa temperatura wsadu i recypienta 24°C ,
- swobodne chłodzenie produktu na powietrzu,
- zmienna częstotliwość skręcania matrycy w celu utrzymania stałej siły.

Po tym etapie dokonano analizy zużycia powłok naniesionych na powierzchnię matryc, a uzyskane druty poddano badaniom własności wytrzymałościowych.

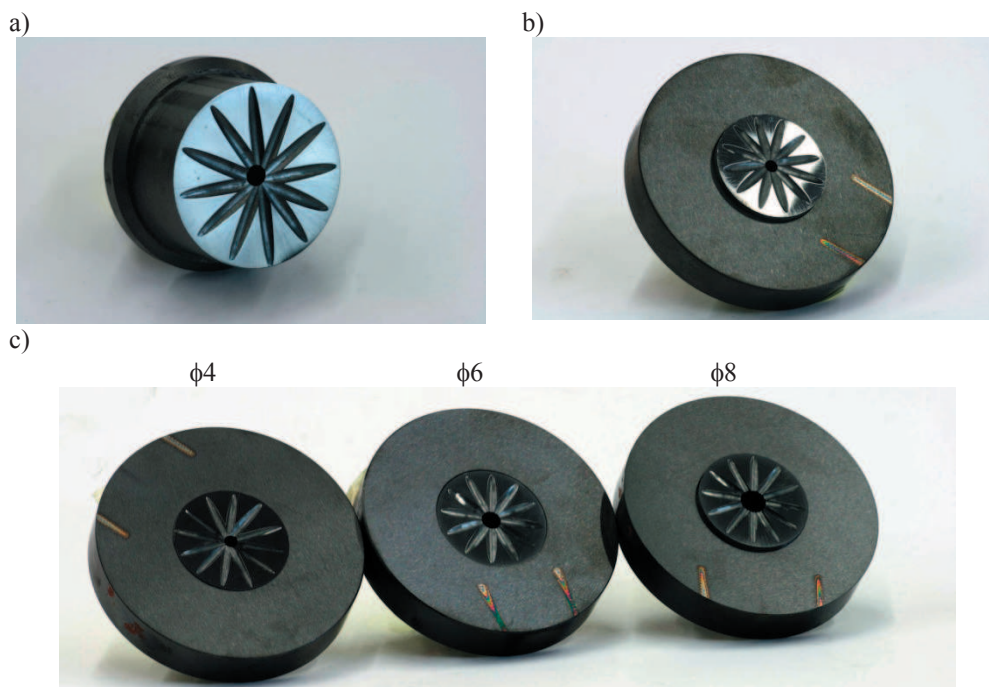
Etap trzeci prowadzono w warunkach wyciskania z etapu pierwszego w celu ilościowej oceny trwałości eksploatacyjnej matryc. Próby wyciskania dla danej matrycy przerywano w zależności od stopnia zużycia powłok i matrycy oraz jakości wyciskanego produktu. Po zakończeniu wyciskania dokonano analizy zużycia matrycy i krążka.

W czwartym etapie dokonano oceny wpływu temperatury, prędkości i siły wyciskania na zużycie powłok. Dotychczasowe badania polegały na wyciskaniu z założoną prędkością posuwu stempla. Sterowanie laboratoryjnej prasy hydraulicznej umożliwia prowadzenie procesu przy stałej częstotliwości i sile wyciskania. Jednak w tym przypadku parametrem zmiennym jest prędkość posuwu stempla. Dlatego przeprowadzono próby ze stałą siłą na poziomie 1 MN (czyli przy maksymalnym nominalnym nacisku stempla) i stałą częstotliwością. Dodatkowo w celu zwiększenia możliwości sterowania prędkością wykorzystano matryce o średnicy oczka 6 mm (stopień przerobu $\lambda=44,4$). Zmniejszenie stopnia przerobu wiąże się z obniżeniem siły wyciskania (obniżeniem oporu plastycznego płynięcia), dlatego zdecydowano również o zwiększeniu temperatury. Ten czynnik również w sposób istotny wpływa na przebieg procesu. Recypient w używanej prasie umożliwia nagrzanie do temperatury 400°C i taką też zastosowano. Zmniejszenie stopnia przerobu i zwiększenie temperatury przy stałej

wartości siły wyciskania i częstotliwości skręcania matrycy powoduje wywieranie bardzo dużych nacisków na powierzchnię czołową matrycy przy dużych prędkościach wyciskania, co przekłada się na podatność na zużywanie badanych powłok. Ustalono następujące warunki procesu:

- stała geometria wsadu $\phi 40 \times 40$ mm,
- stały stopień przerobu $\lambda = 44,4$ – średnica produktu $\phi 6$ mm,
- stała siła wyciskania na poziomie ok. 1 MN,
- stały kąt skręcania $\gamma = \pm 8^\circ$,
- stała początkowa temperatura wsadu i recypienta 400°C .
- swobodne chłodzenie produktu na powietrzu,
- stała częstotliwość skręcania matrycy $f = 5$ Hz,
- zmienna prędkość wyciskania v w celu utrzymania stałej siły.

Na rysunku 31 przedstawiono wygląd matryc do wyciskania metodą KOBO łącznie z krążkami w stanie wyjściowym.

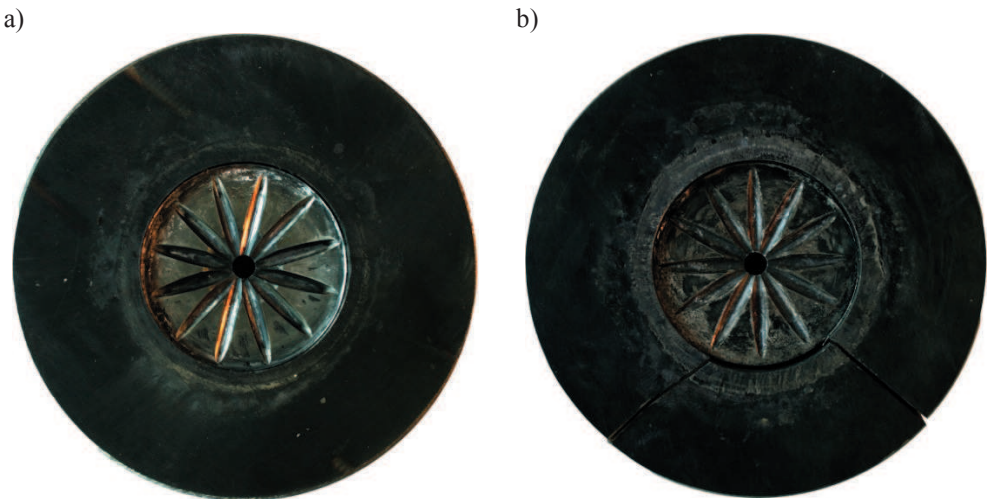


Rysunek 31. Wygląd matryc z naniesioną powłoką CrN+DLC: a) matryca $\phi = 4$ mm; b) matryca $\phi = 4$ mm umieszczona w krążku; c) zestaw matryc $\phi = 4, 6$ i 8 mm do badań eksploatacyjnych

5.2.1. Wpływ warunków wyciskania oraz obróbki powierzchniowej na jakość matryc i własności wytrzymałościowe produktów

W wyniku wyciskania stopu EN AW-7075 ze stałą prędkością i częstotliwością skręcania przy zmiennej sile (I etap) stwierdzono, że największą początkową prędkość wyciskania 0,06 mm/s uzyskuje się stosując matrycę z powłoką AlTiCrN+DLC (tabl. 5). Jest ona jednak bardzo zbliżona do wartości uzyskiwanych na innych powłokach (różnica o 0,01 mm/s). Wyjątkiem jest matryca z powłoką CrAlSiN+DLC, gdzie początkowa prędkość wyciskania jest trzykrotnie mniejsza. Przekłada się to również na końcową siłę wyciskania, która w tym przypadku jest największa (0,9 MN). Zainicjowanie procesu wyciskania metodą KOBO przy zastosowaniu takiego wariantu jest bardzo utrudnione. Matryca z naniesioną powłoką CrN+DLC oraz matryca po ulepszeniu cieplnym wykazują zbliżone parametry. W przypadku matryc po azotowaniu nastąpiło pęknięcie krążka. Na rysunku 32 przedstawiono wygląd powierzchni czołowych matryc po pierwszym etapie wyciskania.

Prowadzenie wyciskania metodą KOBO ze stałą siłą realizowane poprzez sukcesywne zmniejszanie częstotliwości skręcania matrycy od wartości początkowej 5 Hz (II etap) powoduje uzyskanie produktów o gładkiej powierzchni, bez zarysowań i pęknięć (tabl. 6). Powłoki CrN+DLC, CrAlSiN+DLC oraz AlTiCrN+DLC nie wykazują śladów zużycia. Jednakże w przypadku powłoki CrN+DLC piętka z wyciskanego materiału klei się do matrycy.



Rysunek 32. Wygląd powierzchni matryc i krążków po wyciskaniu ze stałą prędkością i częstotliwością skręcania przy zmiennej sile (I etap) z powłoką: a) CrAlSiN+DLC, b) azotowana

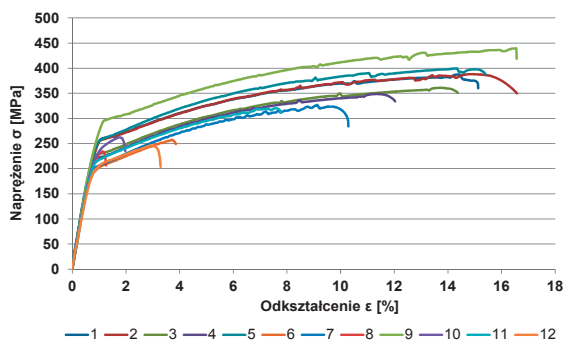
Tablica 5. Zestawienie warunków wyciskania i jakości powłok podczas procesu wyciskania metodą KOBO ze stałą prędkością i częstotliwością skręcania przy zmiennej sile (I etap)

Rodzaj powłoki/obróbki	Siła wyciskania, T		Prędkość stempla, mm/s		Jakość powłok/ powierzchni matryc	Uwagi
	początkowa	końcowa	początkowa	końcowa		
CrN+DLC	107	74	0,05	0,5	Widoczne niewielkie ślady zużycia powłoki na powierzchni czołowej matrycy	Wyciskany materiał przylega do powierzchni matrycy
AlTiCrN+DLC	108	80	0,06	0,5	Widoczne niewielkie ślady zużycia powłoki na powierzchni czołowej matrycy	Największa prędkość początkowa
CrAlSiN+DLC	107	90	0,02	0,5	Widoczne niewielkie ślady zużycia powłoki na powierzchni czołowej matrycy	Najmniejsza prędkość początkowa i największa końcowa siła wyciskania
CrAlSiN+MoS ₂	107	83	0,04	0,5	Widoczne zużycie powłoki na powierzchni czołowej i w rowkach	Wyciskany materiał przylega do powierzchni matrycy
Azotowanie	107	80	0,04	0,5	Widoczne zużycie powierzchni czołowej matrycy i krążka	Pęknięty krążek
Ulepszanie cieplne	107	70	0,05	0,5	Widoczne zużycie powierzchni czołowej matrycy i krążka	Najniższa końcowa siła wyciskania

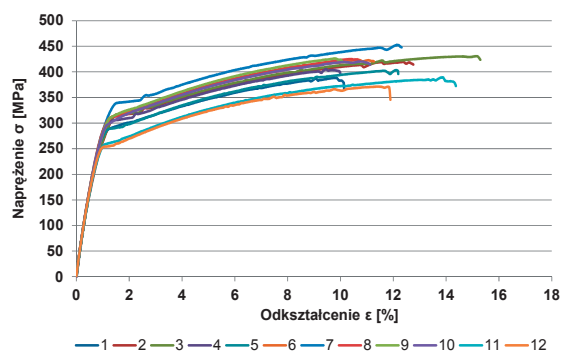
Tablica 6. Zestawienie warunków wyciskania i jakości powłok podczas procesu wyciskania metodą KOBO ze stałą prędkością i siłą przy zmiennej częstotliwości skręcania matrycy (II etap)

Rodzaj powłoki/obróbki	Siła wyciskania, T		Prędkość stempla, mm/s		Częstotliwość, Hz		Jakość powłok/ powierzchni matryc	Uwagi
	początkowa	końcowa	początkowa	końcowa	początkowa	końcowa		
CrN+DLC	107	95	0,01	0,5	5	3,8	Brak śladów zużycia powłoki	Piętka klei się do matrycy
AlTiCrN+DLC	107	100	0,01	0,5	5	3,8	Brak śladów zużycia powłoki	Powierzchnia produktu gładka
CrAlSiN+DLC	107	95	0,01	0,5	5	3,5	Brak śladów zużycia powłoki	Powierzchnia produktu gładka
CrAlSiN+MoS ₂	107	95	0,02	0,5	5	2,5	Zużycie powłoki na powierzchni czołowej matrycy	Pęknięty krążek
Azotowanie	107	95	0,03	0,5	5	4,0	Zużycie powierzchni czołowej matrycy i krążka	Pęknięty krążek
Ulepszanie cieplne	107	95	0,05	0,5	5	2,2	Zużycie powierzchni czołowej matrycy i krążka	Widoczne drobne rysy na wyciskanych produkcie

W celu scharakteryzowania własności wytrzymałościowych wyciskanego materiału w zależności od warunków procesu, jak i rodzaju zastosowanej warstwy ochronnej na powierzchni matrycy, wykonano statyczną próbę rozciągania otrzymanych w rezultacie wyciskania drutów. Na rysunkach 33-38 przedstawiono wyniki badań wytrzymałości na rozciąganie drutów ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą prędkością i częstotliwością skręcania przy zmiennej sile (I etap), natomiast na rysunkach 39-44 wyniki badań wytrzymałości na rozciąganie drutów ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu ze stałą prędkością i siłą przy zmiennej częstotliwości skręcania matrycy (II etap). Próbki z drutu cięto kolejno od początku do końca uzyskanego produktu. W tablicach 7 i 8 zestawiono własności wytrzymałościowe drutów. Dla zaprezentowania zróżnicowania własności na długości badanych drutów podano odchylenia standardowe.

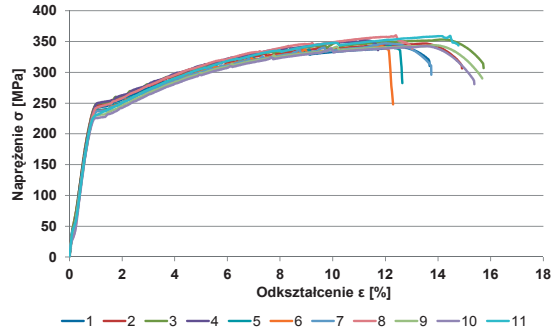


Rysunek 33. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą częstotliwością skręcania 5 Hz przy użyciu matrycy z powłoką CrN+DLC

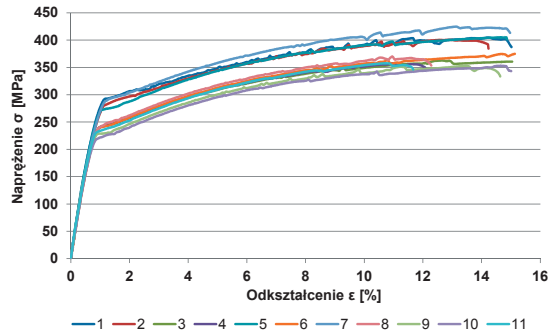


Rysunek 34. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą częstotliwością skręcania 5 Hz przy użyciu matrycy z powłoką AlTiCrN+DLC

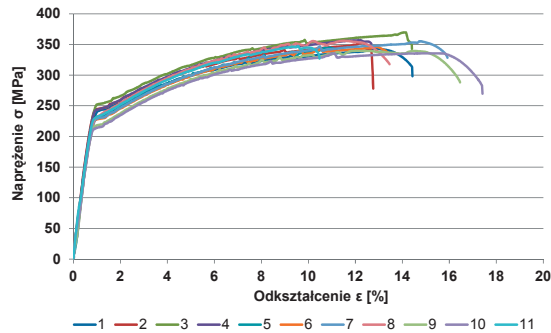
W przypadku wyciskania ze stałą częstotliwością skręcania matrycy najwyższe własności wytrzymałościowe wykazują druty wyciskane przy użyciu matryc z powłoką AlTiCrN+DLC



Rysunek 35. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą częstotliwością skręcania 5 Hz przy użyciu matrycy z powłoką CrAlSiN+DLC

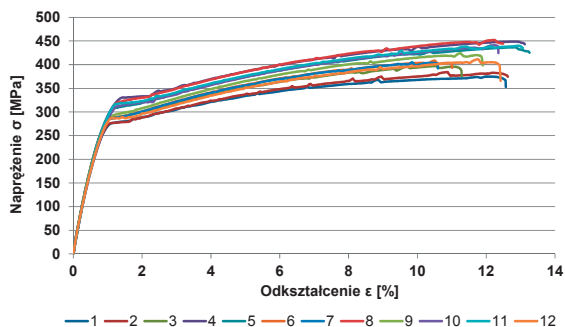


Rysunek 36. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą częstotliwością skręcania 5 Hz przy użyciu matrycy z powłoką CrAlSiN+MoS₂

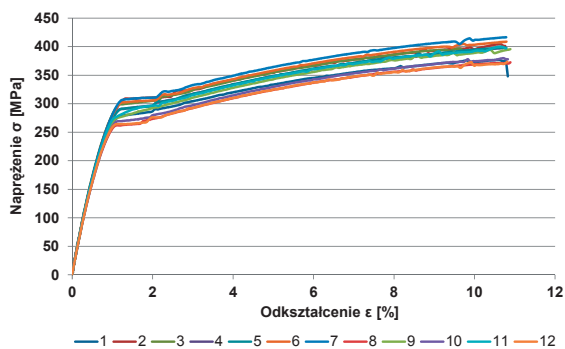


Rysunek 37. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą częstotliwością skręcania 5 Hz przy użyciu matrycy azotowanej

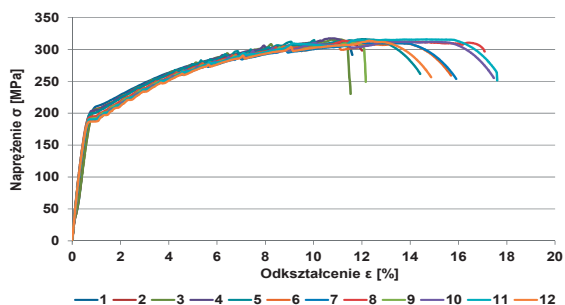
oraz po ulepszeniu cieplnym, dla których wytrzymałość na rozciąganie R_m wynosi odpowiednio 413 i 418 MPa (tabl. 7). Wydłużenie na poziomie ok. 14% uzyskuje się dla drutów wyciskanych



Rysunek 38. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą częstotliwością skręcania 5 Hz przy użyciu matrycy ulepszonej cieplnie

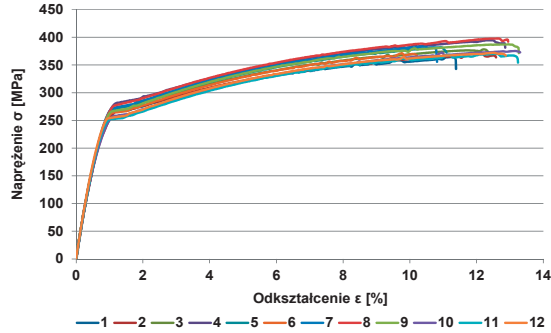


Rysunek 39. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą siłą 95 T przy użyciu matrycy z powłoką CrN+DLC

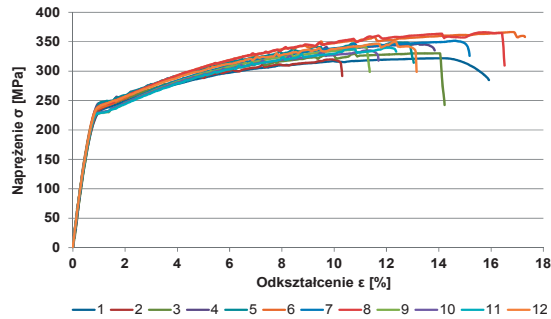


Rysunek 40. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą siłą 95 T przy użyciu matrycy z powłoką AlTiCrN+DLC

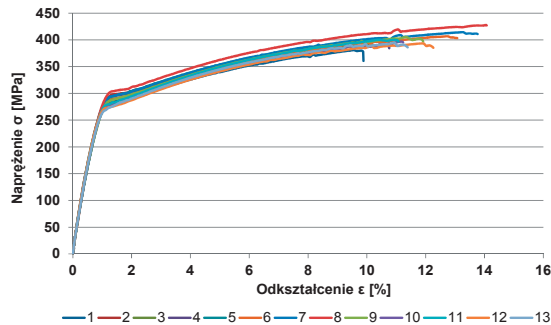
na matrycach z powłokami AlSiCrN+DLC i AlCrSiN+MoS₂ oraz azotowanych. Najniższe i najbardziej różnicowane wartości własności wytrzymałościowych wykazuje stop EN AW-7075



Rysunek 41. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą siłą 95 T przy użyciu matrycy z powłoką CrAlSiN+DLC



Rysunek 42. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą siłą 95 T przy użyciu matrycy z powłoką CrAlSiN+MoS₂

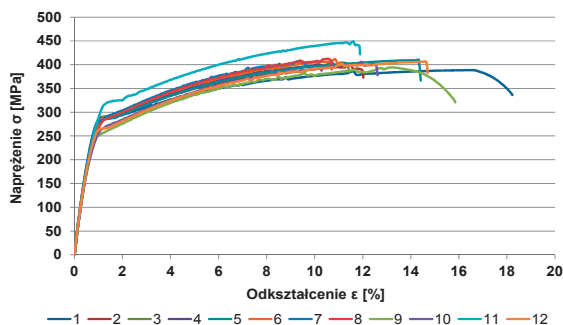


Rysunek 43. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą siłą 95 T przy użyciu matrycy azotowanej

po wyciskaniu z użyciem powłoki CrN+DLC (rys. 33). Natomiast dla matryc z powłoką AlCrSiN+DLC oraz azotowanych (rys. 35 i 37) przebiegi krzywych rozciągania są najbardziej zbliżone do siebie na całej długości, co świadczy o możliwości uzyskiwania w materiałach stałych własności wytrzymałościowych.

Wyciskanie ze stałą siłą powoduje zmniejszenie zróżnicowania własności wytrzymałościowych na długości badanych drutów we wszystkich przypadkach (rys. 39-44). Najwyższe własności wytrzymałościowe uzyskuje się dla drutów wyciskanych na matrycach z powłokami CrN+DLC oraz azotowanych i ulepszanych cieplnie. Najniższe własności wytrzymałościowe, a zarazem największą plastyczność wykazuje materiał po wyciskaniu na matrycy z powłoką AlTiCrN+DLC (tabl. 8).

Nietypowy przebieg procesu wyciskania oraz zastosowanie matryc, których powierzchnię modyfikowano w wyniku zabiegów obróbki cieplej i cieplno-chemicznej lub poprzez



Rysunek 44. Wykresy rozciągania drutu ze stopu EN AW-7075 po wyciskaniu metodą KOBO ze stałą siłą 95 T przy użyciu matrycy ulepszonej cieplnie

Tablica 7. Zestawienie własności mechanicznych drutów ze stopu EN AW-7075 wyciskanych metodą KOBO ze stałą częstotliwością skręcania matrycy – etap I

Rodzaj powłoki/obróbki	R _{0,2} , MPa	R _m , MPa	A, %
Azotowanie	223±15	350±9	13,9±2,0
Ulepszanie cieplne	251±8	418±24	12,2±0,8
AlCrSiN+DLC	225±19	348±6	14,0±1,3
AlCrSiN+MoS ₂	241±16	378±24	14,5±1,7
AlTiCrN+DLC	247±11	413±21	11,9±1,6
CrN+DLC	227±26	331±65	9,9±5,7

wytworzenie warstw ochronnych techniką PVD i CVD nasuwa pytanie o ich wpływ na przebieg krzywych rozciągania stopu EN AW-7075. Na podstawie analizy krzywych rozciągania (rys. 33-44) można rozróżnić cztery odmienne zachowania:

- niskie wydłużenie i wysoka wytrzymałość – m.in. ulepszana cieplnie (I etap), AlTiCrN+DLC (I etap), CrN+DLC (II etap), CrAlSiN+DLC (II etap);
- niestateczność plastyczna typu Lüdersa – m.in. azotowana (I etap), ulepszana cieplnie (I etap), CrN+DLC (II etap);
- niskie własności wytrzymałościowe i duża plastyczność – m.in. CrAlSiN+MoS₂ (II etap), AlTiCrN+DLC (II etap);
- niestateczność plastyczna typu Portevin-Le Chatelier – m.in. AlTiCrN+DLC (I etap), azotowana (I etap), AlTiCrN+DLC (II etap).

Efekt Portevin-Le Chatelier (PLC) jest klasyfikowany w trzech zasadniczych typach: A, B oraz C w zależności od charakteru czasowo-przestrzennej organizacji pasm deformacji [146-148]. Typ A odpowiada deformacjom rozchodzącym się w sposób ciągły wzdłuż osi rozciągania, stanowiącym odosobnione fale plastyczne. Typ B oznacza oscylującą w czasie propagację odkształcenia, natomiast typ C – pasmo deformacji pojawiające się losowo i niepropagujące się wzdłuż próbki poddanej rozciąganiu. W przypadku badanych próbek w przeważającej większości przypadków występuje efekt niestateczności PLC typu B i C.

Przeprowadzone badania potwierdziły słuszność prowadzenia wyciskania metodą KOBO ze stałą siłą. Dzięki temu można uzyskiwać jednorodne własności na całej długości wyciśniętych produktów. Najlepszymi własnościami cechują się druty wyciskane przy użyciu matryc z powłokami AlTiCrN+DLC oraz CrAlSiN+DLC.

Tablica 8. Zestawienie własności mechanicznych drutów ze stopu EN AW-7075 wyciskanych metodą KOBO ze stałą siłą wyciskania – etap II

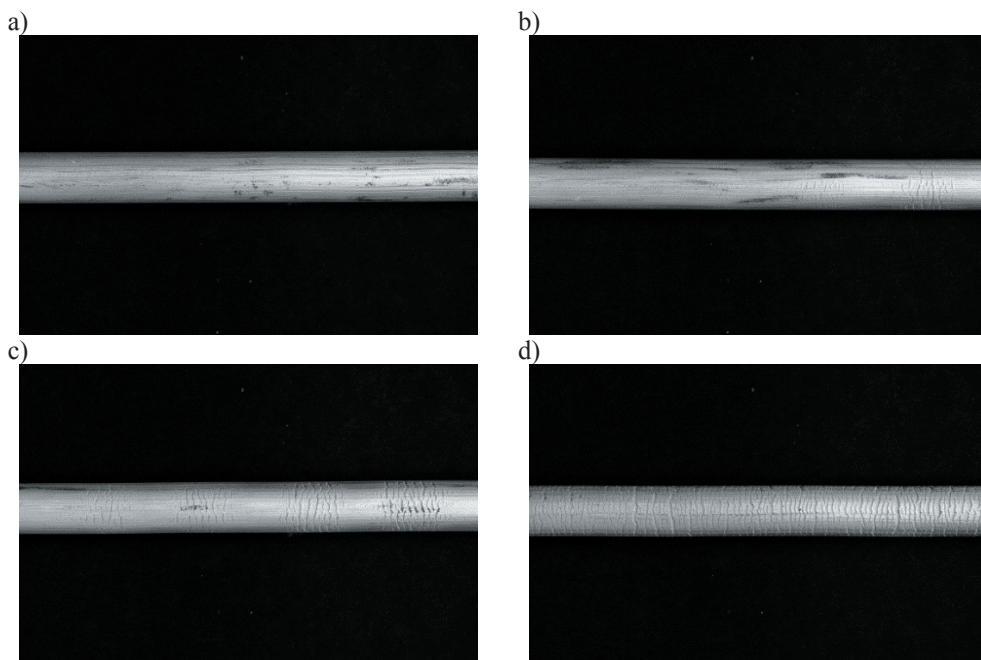
Rodzaj powłoki/obróbki	R _{0,2} , MPa	R _m , MPa	A, %
Azotowana	238±12	407±14	12,7±2,4
Nawęglana	243±6	400±11	11,6±1,4
AlCrSiN+DLC	236±6	378±10	12,2±1,0
AlCrSiN+MoS ₂	228±10	343±14	13,7±2,0
AlTiCrN+DLC	195±8	313±3	14,3±2,3
CrN+DLC	246±9	400±13	12,6±1,7

5.2.2. Wpływ warunków wyciskania oraz obróbki powierzchniowej na jakość matryc w podwyższonej temperaturze

W celu oceny wpływu temperatury, prędkości i siły wyciskania na zużycie powłok przeprowadzono próby w temperaturze 400°C ze stałą siłą na poziomie 1 MN (IV etap). W celu zwiększenia możliwości sterowania prędkością wykorzystano matryce o średnicy oczka 6 mm (stopień przerobu $\lambda=44,4$).

W trakcie prowadzenia wyciskania nie było możliwości zewnętrznej ingerencji w system sterowania zaworami umożliwiającymi pracę z określoną prędkością posuwu stempla. Ze względu na bardzo duże prędkości w żadnym przypadku nie udało się osiągnąć stałej wartości siły wyciskania. W tabelicy 9 przedstawiono warunki zarejestrowane każdorazowo podczas prowadzenia eksperymentów.

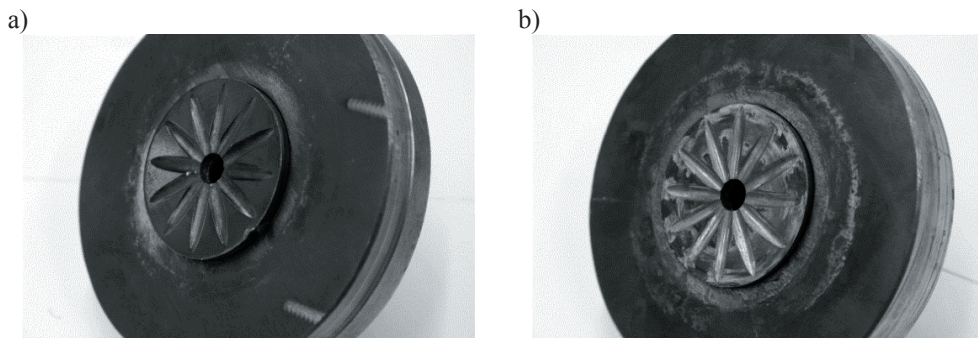
Z prób przeprowadzonych w tym etapie wynika, że powłoka CrN+DLC nie wykazuje żadnych śladów zużycia. Może to być spowodowane najniższą przewodnością cieplną warstwy



Rysunek 45. Wygląd powierzchni drutu wyciskanego metodą KOB w temperaturze 400°C ze stopniem przerobu $\lambda=44,4$: a) powierzchnia gładka; b) powierzchnia z pierwszymi pęknięciami; c) pęknięcia na przemian z dobrą powierzchnią drutu, d) pęknięcia

Tablica 9. Zestawienie warunków wyciskania i jakości powłok podczas procesu wyciskania metodą KOB0 w temperaturze 400 °C ze stałą siłą wyciskania i częstotliwością skręcania matrycy przy zmiennej prędkości wyciskania

Rodzaj powłoki/obróbki	Siła, T		Prędkość końcowa, mm/s	Jakość powłok/powierzchni matrycy	Jakość drutu	Uwagi
	początkowa	końcowa				
CrN+DLC	100	80	3,65	Brak śladów zużycia powłoki wytworzonej na powierzchni matrycy	Początek dobry, popękany koniec	Najmniejsze zużycie powłoki
AlTiCrN+DLC	100	75	3,99	Widoczne zużycie powłoki	Początek dobry, popękany koniec	Najmniejsza końcowa siła wyciskania
AlCrSiN+DLC	100	90	3,65	Niewielkie zużycie powłoki	Początek bardzo dobry, popękany koniec	Najwyższa końcowa siła wyciskania
Nawęglana	100	77	4,05	Zniszczona powierzchnia matrycy	Dobry początek, środek i koniec popękane	Najgorsza jakość drutu, największa końcowa prędkość wyciskania
Azotowana	100	–	–	Zniszczona powierzchnia matrycy	Dobry początek, środek i koniec popękane	Znaczne zużycie matrycy



Rysunek 46. Wygląd powierzchni matryc i krążków po wyciskaniu w temperaturze 400°C ze stałą siłą wyciskania i częstotliwością skręcania matrycy przy zmiennej prędkości wyciskania (IV etap) z powłoką: a) CrN+DLC, b) azotowana

CrN spośród wszystkich analizowanych nanokrystalicznych warstw azotkowych wytworzonych w procesie PVD. W przypadku pozostałych powłok na powierzchni czołowej zauważono ślady zużycia. Matryca z powłoką CrAlSiN+DLC charakteryzuje się utrudnioną inicjacją procesu oraz bardzo wysoką końcową siłą wyciskania. Podobnie powłoka zachowuje się podczas wyciskania ze stałą częstotliwością skręcania matrycy (I etap). W przypadku powłoki AlTiCrN+DLC prowadzenie procesu wyciskania metodą KOBÓ w podwyższonej temperaturze cechuje się najmniejszą końcową siłą wyciskania oraz bardzo dużą prędkością ruchu stempla (tabl. 9). We wszystkich badanych przypadkach druty po wyciskaniu charakteryzowały się dobrą jakością powierzchni tylko w początkowym etapie wyciskania (rys. 45). Prowadzenie procesu w temperaturze 400°C przy prędkościach końcowych powyżej 3 mm/s skutkuje pękaniem końcowych fragmentów drutu (rys. 45d).

Jednakże dobór warunków wyciskania dla etapu IV miał na celu przetestowanie matryc w ekstremalnie trudnych warunkach. Najgorszą jakość powierzchni drutu zaobserwowano po wyciskaniu na matrycy ulepszonej cieplnie i azotowanej, co należy związać z całkowitym zniszczeniem ich powierzchni roboczych. Na rysunku 46 przedstawiono wygląd powierzchni czołowych matryc po wyciskaniu stopu EN AW-7075 w temperaturze 400°C.

5.2.3. Wpływ obróbki powierzchniowej na trwałość eksploatacyjną matryc

W celu ilościowej oceny trwałości eksploatacyjnej matryc przeprowadzono proces wyciskania metodą KOBÓ przy stałej prędkości i częstotliwości skręcania matrycy (III etap).

Badania eksploatacyjne, zrealizowane w warunkach laboratoryjnych umożliwiły porównanie trwałości matryc pokrytych wytworzonymi warstwami i klasycznych matryc poddanych jedynie procesowi azotowania lub ulepszania cieplnego.

Nawet niewielki ubytek lub uszkodzenie naniesionej powłoki ochronnej lub warstwy azotowanej może zakłócić proces wyciskania i spowodować uzyskanie produktu o nieakceptowalnej jakości. Stąd, jako kryterium oceny trwałości eksploatacyjnej matrycy przyjęto stan powierzchni wyciskanego produktu oraz zużycie powierzchni czołowej i paska kalibrującego narzędzia. W tabelicy 10 przedstawiono matryce w stanie wyjściowym, po przeprowadzeniu 5 prób wyciskania oraz po przeprowadzeniu 10 prób (ewentualnie po mniejszej liczbie z uwagi na zużycie matrycy zgodnie z przyjętymi kryteriami oceny trwałości eksploatacyjnej).





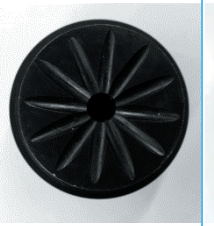

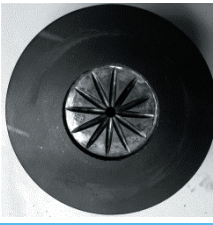
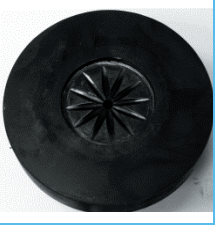
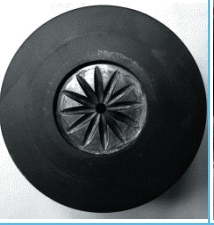
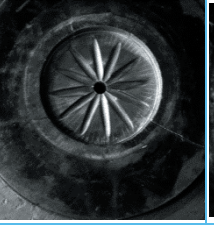

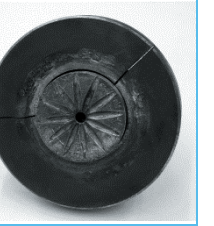



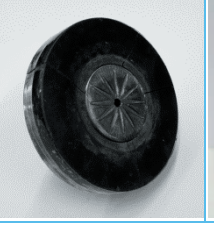
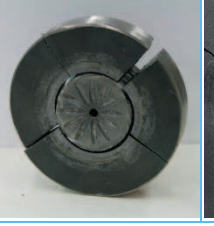

Wyniki badań eksploatacyjnych wyrażone liczbą kolejnych przepustów wykonanych z wykorzystaniem matryc różniących się rodzajem warstwy ochronnej, podczas których jakość powierzchni wyciskanego produktu i narzędzia była akceptowalna zgodnie z przyjętymi kryteriami przedstawiono w tabelicy 11.

W przypadku klasycznych matryc ulepszanych cieplnie i azotowanych w trakcie procesu wyciskania wraz z kolejnymi próbami następuje systematyczne zużywanie się powierzchni matryc, zarówno w rowkach jak i na krawędzi. Wraz z kolejnymi przepustami maleje końcowa siła wyciskania, pogarsza się jakość drutu, widoczne są pęknięcia na powierzchni bocznej produktu, szczególnie na końcowym odcinku drutu (rys. 47a). Matryce ulepszone cieplnie i azotowane bardzo szybko się zużywają (4. przepust). Ma to bardzo istotny wpływ na jakość finalnego produktu.

Dwukrotnie większą trwałością eksploatacyjną wykazują matryce z naniesionymi na ich powierzchnię powłokami $\text{CrN}+\text{DLC}$ oraz $\text{CrAlSiN}+\text{MoS}_2$. W miarę kolejnych przepustów maleje siła wyciskania, jednocześnie widoczne jest systematyczne zużycie powłok, w szczególności na obrzeżach, powierzchni czołowej i rowkach matrycy. Na powierzchni wyciskanego produktu widoczne są liczne bruzdy i rysy (rys. 47b,c) świadczące o braku gładkości paska kalibrującego (7. przepust).

W przypadku matryc z wytworzonymi na ich powierzchni warstwami $\text{CrAlSiN}+\text{DLC}$ oraz $\text{AlTiCrN}+\text{DLC}$ stwierdzono 3-krotny wzrost trwałości eksploatacyjnej w porównaniu do matryc stosowanych standardowo w procesach wyciskania, czyli ulepszanych cieplnie i azotowanych. Jakość powierzchni wyciskanego stopu jest bardzo dobra (rys. 47d). Drobne rysy (rys. 47c) na powierzchni produktu pojawiają się dopiero podczas 10 przepustu wraz ze zużywaniem się powierzchni matryc i przyleganiem stopu do paska kalibrującego.

Tablica 10. Analiza zużycia powierzchni matrycy do wyciskania pokrytych powłokami składającymi się z nanokrystalicznej warstwy azotkowej PVD z dodatkową warstwą niskotarciową oraz poddanych procesowi azotowania lub ulepszenia cieplnego (III etap)

Wygląd powierzchni matrycy	Rodzaj powłoki/obróbki					
	CrN+DLC	AlTiCrN+DLC	CrAlSiN+DLC	CrAlSiN+MoS ₂	Azotowanie	Ulepszenie cieplne
w stanie wyjściowym						
po 5 próbach						
po ostatniej próbie*						

* w przypadku matrycy ulepszonej cieplnie wykonano 5 prób, azotowanej – 8 prób, z powłoką CrAlSiN+MoS₂ – 9 prób

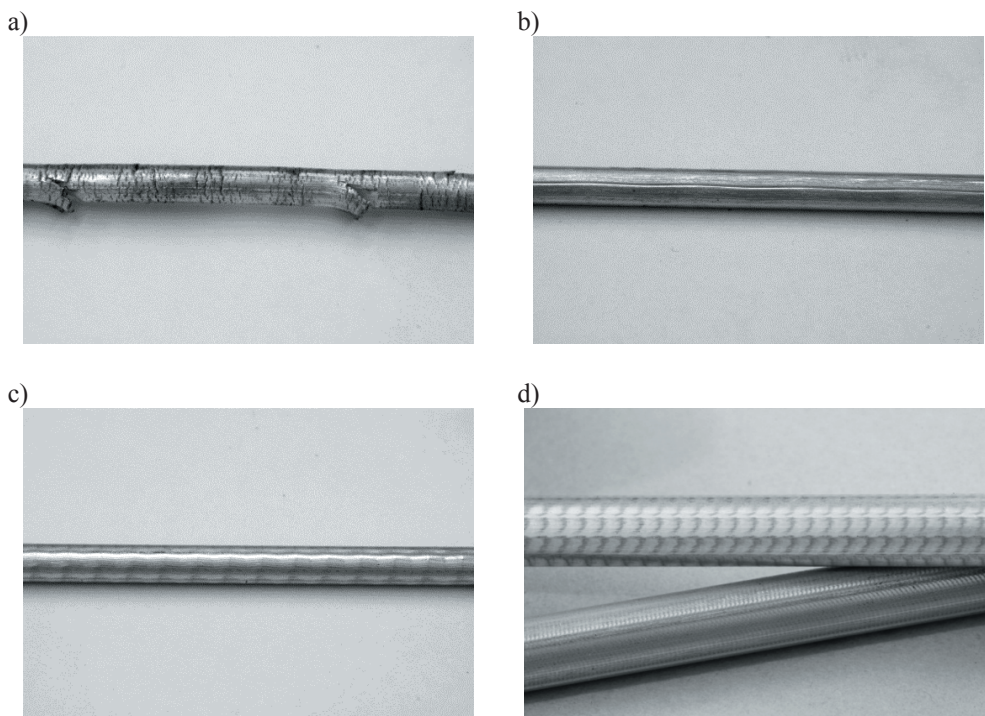
Tablica 11. Zestawienie trwałości matryc do wyciskania pokrytych powłokami typu nanokrystaliczna warstwa azotkowa/warstwa niskotarciowa oraz poddanych procesowi azotowania lub ulepszania cieplnego (III etap)

Nr próby	Rodzaj powłoki/obróbki												
	CrN+DLC		AlTiCrN+DLC		CrAlSiN+DLC		CrAlSiN+MoS ₂		azotowana		ulepszana cieplnie		
	matryca	wyrób	matryca	wyrób	matryca	wyrób	matryca	wyrób	matryca	wyrób	matryca	wyrób	
1	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕
2	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕
3	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕
4	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊗	⊕	⊗	⊗	⊗
5	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊗	⊗	⊗	⊗	⊗
6	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊗	⊕	⊗	⊗	∅	∅	∅
7	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊕	⊗	⊗	⊗	⊗	∅	∅	∅
8	⊗	⊗	⊕	⊕	⊕	⊕	⊗	⊗	⊗	⊗	∅	∅	∅
9	⊗	⊗	⊗	⊕	⊗	⊕	⊗	⊗	∅	∅	∅	∅	∅
10	⊗	⊗	⊗	⊗	⊗	⊕	∅	∅	∅	∅	∅	∅	∅

⊕ – jakość akceptowalna zgodnie z przyjętymi kryteriami
 ⊗ – jakość nieakceptowalna zgodnie z przyjętymi kryteriami
 ∅ – brak próby

Na gładkiej powierzchni drutu o bardzo dobrej jakości (rys. 47d) widoczny jest charakterystyczny efekt mory pochodzący od rewersyjnego skręcania matrycy, będącego istotą wyciskania metodą KOBO. Dolny drut o większej liczbie śladów skręceń obrazuje etap procesu realizowany przy małej prędkości wyciskania, a co za tym idzie dużej liczbie skręceń przypadających na jednostkę objętości (początek wyciskania), gdzie nie została jeszcze osiągnięta założona prędkość przesuwu stempla. Górny drut obrazuje etap realizowany z założoną prędkością wyciskania.

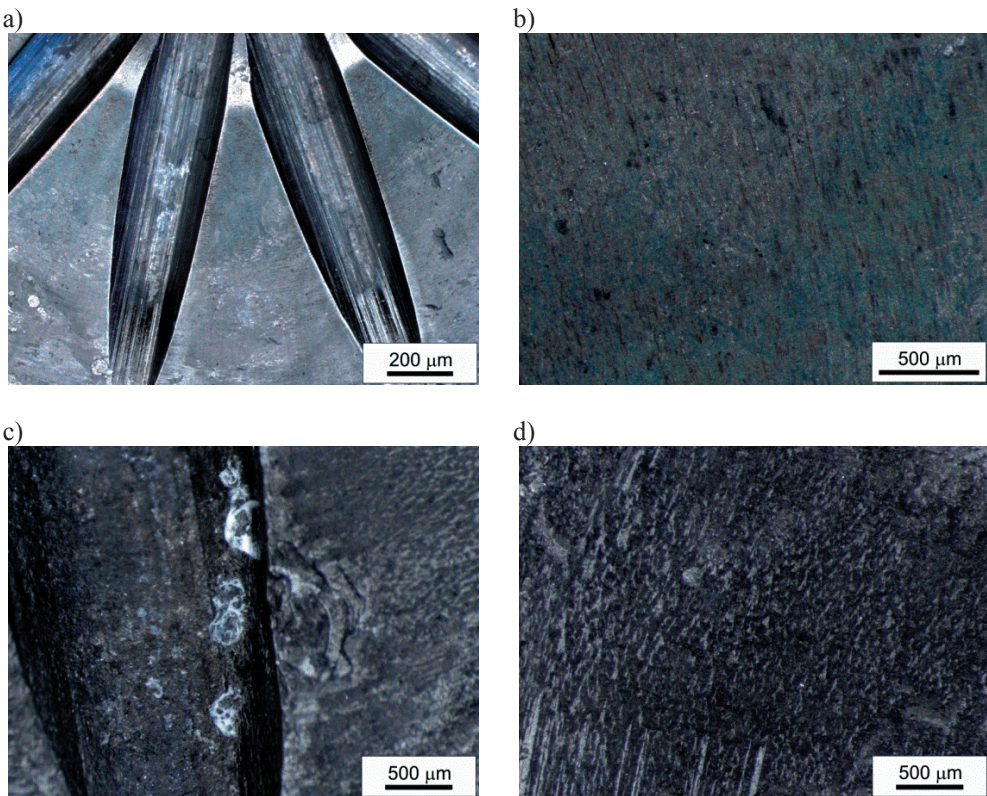
Przeprowadzone obserwacje wykazały, że głównymi formami zniszczenia analizowanych matryc jest zużycie ściernie oraz ścierno-adhezyjne. Wyniki obserwacji mikroskopowych pokazano na rysunku 48. Z analizy wielkości i intensywności zużycia matryc wynika, iż zastosowanie proponowanych dwuwarstwowych powłok na powierzchni narzędzi do wyciskania



Rysunek 47. Wygląd powierzchni drutu wyciskanego metodą KOBO na zimno ze stopniem przerobu $\lambda=100$: a) liczne drobne i grube pęknięcia, b) gruba rysa, c) powierzchnia z płytkimi zarysowaniami wzdłuż kierunku wyciskania, d) powierzchnia gładka i bez zarysowań z charakterystycznym efektem mory pochodzącym od skręcania matrycy

w sposób znaczący zmniejsza efekty tarcia i zwiększa trwałość eksploatacyjną matryc w porównaniu do matryc ulepszanych cieplnie lub azotowanych.

Dokonana analiza potwierdza znaczenie synergicznego współdziałania poszczególnych elementów wytworzonych powłok, składających się z twardej nanokrystalicznej warstwy wytworzonej techniką PVD oraz niskotarciowej warstwy DLC (w mniejszym stopniu warstwy MoS_2) w kształtowaniu trwałości eksploatacyjnej matryc do wyciskania. Jednocześnie biorąc pod uwagę fakt, iż w przypadku matryc z wytworzonymi na ich powierzchni powłokami zawierającymi zewnętrzną warstwę niskotarciową typu DLC zachowano porównywalne jej własności, to czynnikiem mającym największy wpływ na kształtowanie trwałości powłok są własności warstw nanokrystalicznych PVD.



Rysunek 48. Wyniki obserwacji mikroskopowych śladów zużycia matryc do wyciskania: a, b) z naniesioną na ich powierzchnię powłoką $\text{CrAlSiN}+\text{DLC}$, c, d) azotowanych

5.3. Wyniki modelowania zależności między warunkami procesu wyciskania a własnościami produktu z wykorzystaniem narzędzi sztucznej inteligencji

Sztuczne sieci neuronowe od kilkunastu lat są popularną metodą modelowania wykorzystywaną w wielu różniących się od siebie obszarach takich jak medycyna, finanse czy zastosowania inżynierskie. Bardzo liczne przykłady aplikacji tej metody można odnaleźć również w inżynierii materiałowej [149-161]. Jedną z podstawowych zalet sztucznych sieci neuronowych jest możliwość tworzenia relacji między zmiennymi bez konieczności matematycznego opisu analizowanego problemu. Przygotowanie sieci neuronowych do wykonania zadania nie wymaga opracowania algorytmu i zapisywania go w postaci programu. Proces ten zastępuje uczenie przy użyciu ciągu typowych pobudzeń i odpowiadających im pożądanym reakcji. Istotną cechą sieci jest umiejętność generalizacji, czyli uogólniania wiedzy pozyskanej podczas uczenia dla danych, które nie były prezentowane podczas nauki. Ucząca się na przykładach, sztuczna sieć neuronowa, wymaga jednak przygotowania zbioru przykładów, które będą reprezentatywne dla badanego zjawiska. W inżynierii materiałowej, spełnienie tego wymogu jest trudne, ponieważ bardzo często wiąże się z czasochłonnymi i kosztownymi badaniami doświadczalnymi.

W niniejszej pracy zastosowano sztuczne sieci neuronowe do modelowania zależności między warunkami procesu wyciskania aluminium o czystości technicznej 99,5% metodą KOBO, a własnościami gotowego produktu: granicą plastyczności $R_{0,2}$, wytrzymałością na rozciąganie R_m i wydłużeniem A . Sztuczne sieci neuronowe opracowano w programie Statistica Neural Networks 4.0F.

Projektowanie sztucznej sieci neuronowej można podzielić na następujące, powtarzające się etapy: przygotowanie zbioru danych do uczenia i oceny działania sieci, określenie parametrów charakteryzujących sieć, uczenie sieci, ocena działania sieci. Do najważniejszych parametrów definiowanych podczas projektowania sztucznych sieci neuronowych należy zaliczyć:

- typ i strukturę sztucznej sieci neuronowej,
- funkcje błędu,
- funkcje aktywacji,
- funkcje potencjału postsynaptycznego (PSP),
- metodę i parametry uczenia,

- metodę skalowania zmiennych.

Zbiór danych podzielono losowo na dwa podzbiory: uczący i walidacyjny. Przykłady ze zbioru uczącego wykorzystano do obliczenia wartości wag sieci w czasie procesu uczenia, natomiast dane ze zbioru walidacyjnego, do oceny jakości sieci podczas uczenia.

Ocenę jakości opracowanych modeli neuronowych dokonano uwzględniając następujące statystyki:

- średni błąd bezwzględny prognozy sieci, który obliczono wg zależności:

$$E_j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (|X_{zi} - X_{oi}|)$$

gdzie:

E_j – błąd dla j -tej własności,

n – liczba danych w zbiorze,

X_{zi} – i -ta wartość własności zmierzonej,

X_{oi} – i -ta wartość obliczeniowa.

- iloraz odchylenia standardowego błędów predykcji i odchylenia standardowego zmiennej zależnej (mniejsza wartość miernika, odwrotnie proporcjonalna do wariancji wskazuje na lepszą jakość predykcji),
- współczynnik korelacji Pearsona.

Poprawność modelu neuronowego może być rozważana jedynie w przypadku, gdy prognozy sieci są obciążone mniejszym błędem, niż proste oszacowanie zmiennej zależnej, wyrażone na przykład, przez wartość średnią tej zmiennej. W takim przypadku, średni błąd odpowiedzi sieci jest równy odchyleniu standardowemu wartości zmiennej wyjściowej, a iloraz odchyżeń standardowych jest równy 1. Dla predykcji nieobciążonej błędem, iloraz odchyżeń standardowych przyjmuje wartość 0.

Na podstawie wstępnych badań symulacyjnych, jako optymalną wytypowano sieć jednokierunkową typu MLP (perceptron wielowarstwowy).

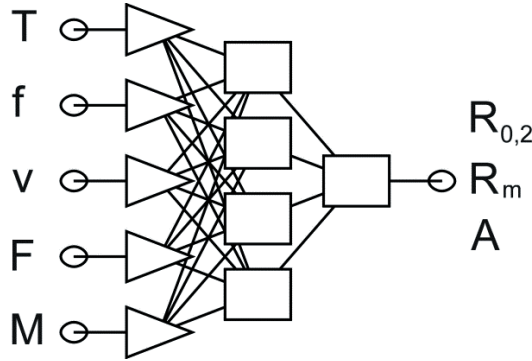
Dla opracowania modelu neuronowego przyjęto zmienne niezależne w postaci podstawowych warunków procesu: częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy, prędkości stempla oraz temperatury wyciskanego materiału. Dodatkowo uwzględniono wpływ czynników uzależnio-

nych, między innymi od warunków wejściowych procesu, które były mierzone podczas wyciskania: siły wyciskania oraz momentu skręcającego.

Opracowane w pracy sztuczne sieci neuronowe, ze względu na wykorzystane w modelu zmienne niezależne i zmienne zależne oraz ze względu na przeznaczenie można podzielić na trzy grupy:

- *zmienne niezależne*: temperatura wyciskanego materiału, częstotliwość rewersyjnego skręcania matrycy, prędkość stempla → *zmienne zależne*: siła wyciskania, moment skręcający; *cel*: symulacja wpływu warunków wyciskania na wartość siły wyciskania i momentu skręcającego, obliczenie siły i momentu, jako danych wejściowych dla sieci obliczających własności produktu;
- *zmienne niezależne*: temperatura wyciskanego materiału, częstotliwość rewersyjnego skręcania matrycy, prędkość stempla, siła wyciskania, moment skręcający → *zmienne zależne*: granica plastyczności $R_{0,2}$, wytrzymałość na rozciąganie R_m , wydłużenie A ; *cel*: obliczenie własności produktu, symulacja wpływu warunków procesu na własności produktu;
- *zmienne niezależne*: temperatura wyciskanego materiału, częstotliwość rewersyjnego skręcania matrycy, prędkość stempla → *zmienne zależne*: granica plastyczności $R_{0,2}$, wytrzymałość na rozciąganie R_m , wydłużenie A ; *cel*: symulacja wpływu temperatury, częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy i prędkości stempla na własności produktu.

W każdym przypadku odpowiedź sieci kodowano w postaci jednego neuronu. Poziom aktywacji neuronu w warstwie wyjściowej określał wartość jednej ze zmiennych zależnych: granicy plastyczności, wytrzymałości na rozciąganie, wydłużenia, momentu skręcającego lub siły wyciskania. Analizę prowadzono na początku, w środku oraz na końcu wyciskanego produktu. Sieci uczono metodami wstecznej propagacji błędów oraz gradientów sprzężonych. W trakcie uczenia sieci obserwowano wykres błędu uczenia dla zbioru uczącego i walidacyjnego. Uczenie zakończono w momencie, gdy błąd zbioru walidacyjnego zaczynał rosnąć przy zmniejszającej się wartości błędu dla zbioru uczącego. Opracowano łącznie 24 modele wykorzystujące sztuczne sieci neuronowe o trzech lub pięciu neuronach w warstwie wejściowej i jednym neuronie w warstwie wyjściowej. Na rysunku 49 przedstawiono ogólny schemat sztucznej sieci neuronowej.



Rysunek 49. Schemat sztucznej sieci neuronowej (T – temperatura wyciskanego materiału, f – częstotliwość rewersyjnego skręcania matrycy, v – prędkość stempla, F – siła wyciskania, M – moment skręcający, $R_{0,2}$ – granica plastyczności, R_m – wytrzymałość na rozciąganie, A – wydłużenie)

Tablica 12. Charakterystyka sztucznych sieci neuronowych zaprojektowanych do obliczania granicy plastyczności $R_{0,2}$, wytrzymałości na rozciąganie R_m i wydłużenia A na końcu produktu wyciskanego z aluminium metodą KOBO

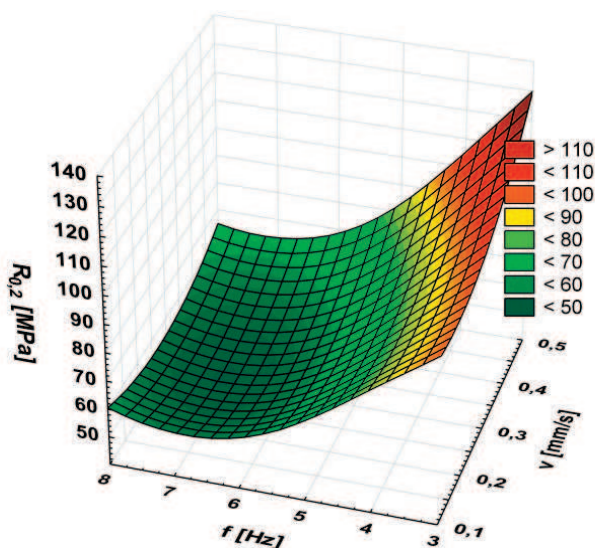
Charakterystyka sieci neuronowej		Oznaczenie sieci		
		$R_{0,2}$	R_m	A
Rodzaj sieci/ liczba neuronów w warstwach: wejściowej – ukrytej – wyjściowej		MLP/ 5-4-1	MLP/ 5-3-1	MLP/ 5-4-1
Metoda uczenia/ liczba epok treningowych		BP/50 CG/59	BP/50 CG/154	BP/50 CG21
Średni błąd bezwzględny	zbiór uczący	5,4 MPa	3,0 MPa	3,0 %
	zbiór walidacyjny	5,4 MPa	2,3 MPa	3,0 %
Iloraz odchyłeń standardowych	zbiór uczący	0,31	0,30	0,36
	zbiór walidacyjny	0,35	0,32	0,34
Współczynnik korelacji	zbiór uczący	0,95	0,95	0,93
	zbiór walidacyjny	0,94	0,95	0,94
funkcja błędu: suma kwadratów funkcja aktywacji w warstwie: wejściowej/ ukrytej/ wyjściowej: liniowa/ logistyczna/ liniowa z nasyceniem funkcja potencjału postsynaptycznego (PSP) – liniowa BP – metoda wstecznej propagacji błędów; CG – metoda gradientów sprzężonych				

W tabelicy 12 zestawiono podstawowe informacje charakteryzujące sztuczne sieci neuronowe uwzględniając wartości wskaźników przyjętych do oceny jakości sieci. Przedstawiono przykład w postaci trzech sieci zaprojektowanych do obliczania granicy plastyczności $R_{0,2}$, wytrzymałości na rozciąganie R_m i wydłużenie A na podstawie temperatury wyciskanego materiału, częstotliwość zmian rewersyjnego skręcania matrycy, prędkości stempla, siły wyciskania oraz momentu skręcającego.

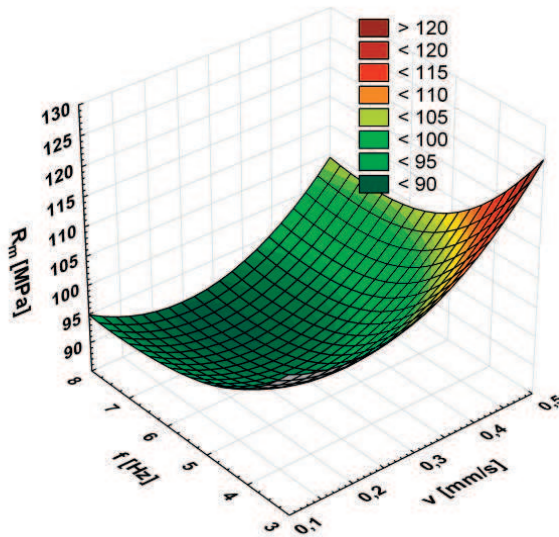
Ponadto należy zwrócić uwagę, że umiejętność generalizacji, czyli zdolność uogólnienia wiedzy pozyskanej podczas procesu uczenia potwierdzają zbliżone wartości wskaźników oceny jakości obliczonych odpowiednio dla zbiorów: uczącego i walidacyjnego.

Na rysunkach 50-60 przedstawiono symulację wpływu warunków wyciskania metodą KOBO na wybrane własności mechaniczne produktu oraz moment skręcający i siłę wyciskania dla ustalonych wartości pozostałych warunków procesu.

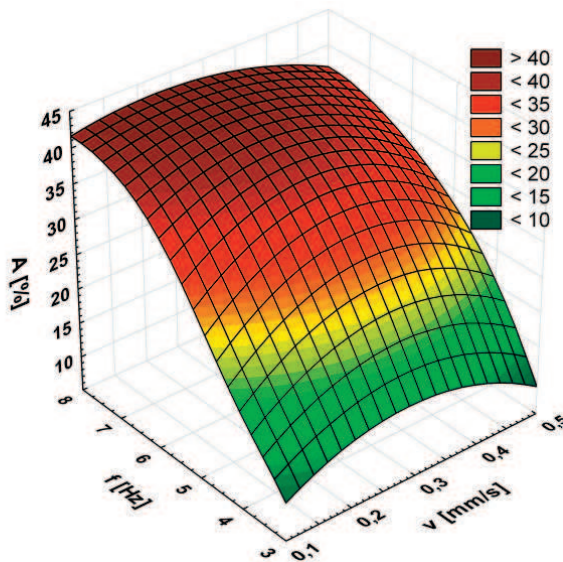
Opracowany model może być stosowany do obliczania własności aluminium i jego stopów wytworzonych podczas wyciskania metodą KOBO dla częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy 3-8 Hz, prędkości stempla 0,09-0,5 mm/s i temperatury wyciskanego materiału w zakresie 24-400°C.



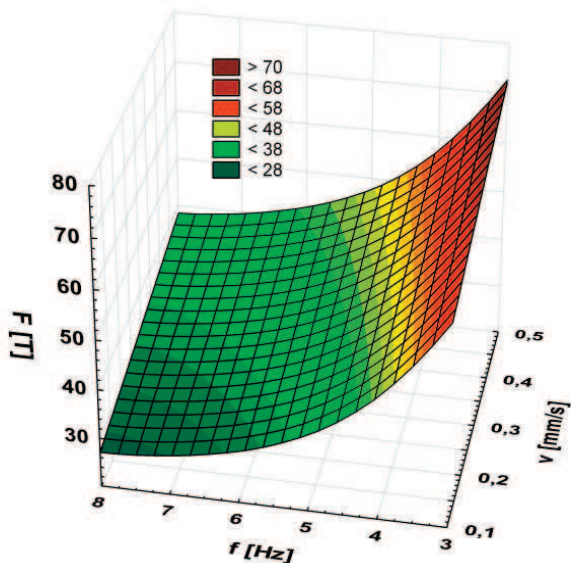
Rysunek 50. Symulacja wpływu częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy i prędkości stempla na granicę plastyczności $R_{0,2}$ na końcu produktu podczas wyciskania metodą KOBO w temperaturze 24°C



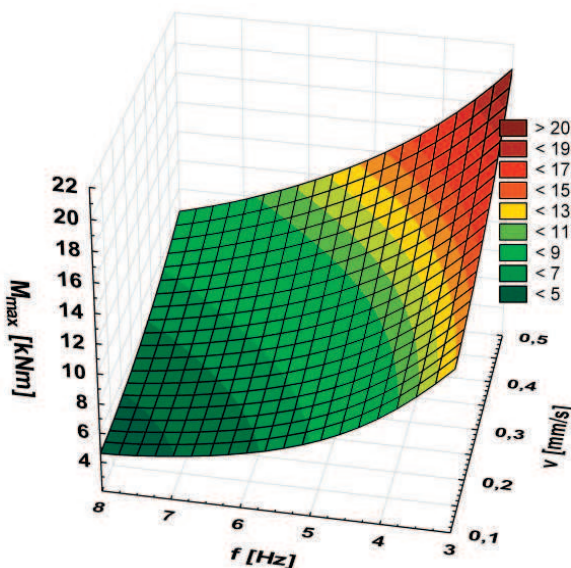
Rysunek 51. Symulacja wpływu częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy i prędkości stempla na wytrzymałość na rozciąganie R_m na końcu produktu podczas wyciskania metodą KOBO w temperaturze 24°C



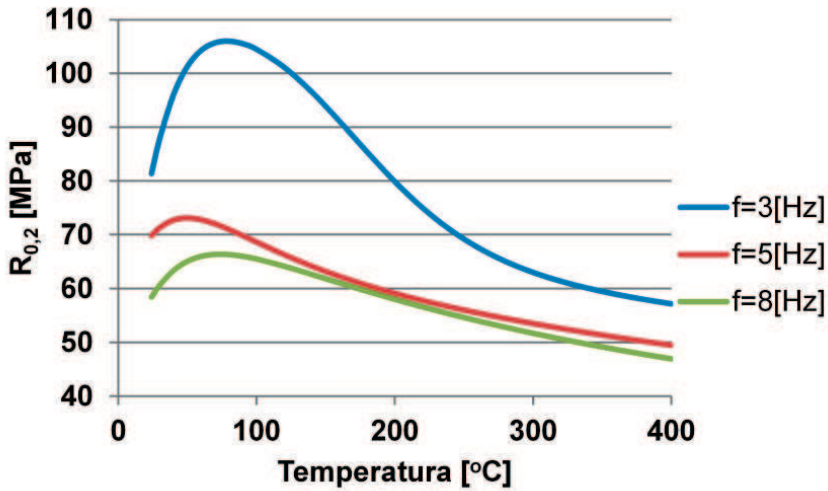
Rysunek 52. Symulacja wpływu częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy i prędkości stempla na wydłużenie A na końcu produktu podczas wyciskania metodą KOBO w temperaturze 24°C



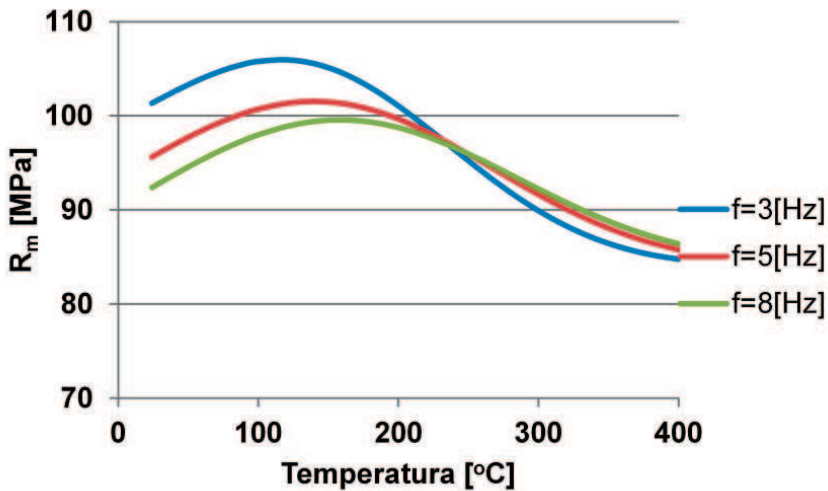
Rysunek 53. Symulacja wpływu częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy i prędkości stempla na siłę wyciskania F na końcu produktu podczas wyciskania metodą KOBO w temperaturze 24°C



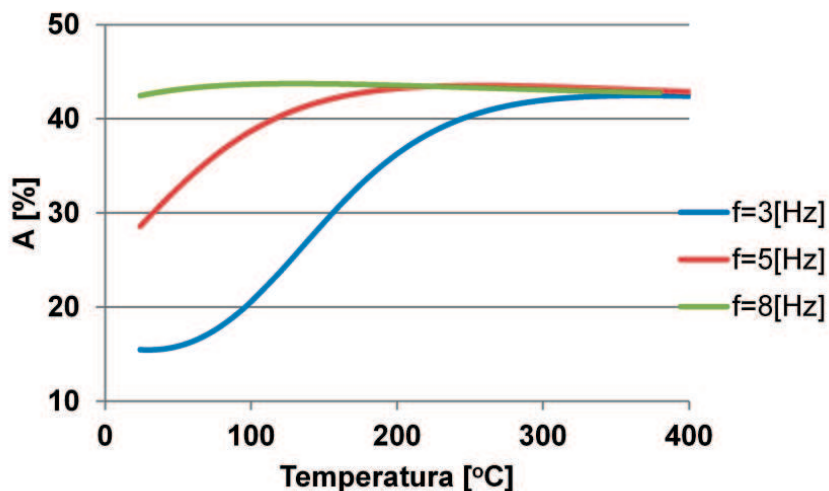
Rysunek 54. Symulacja wpływu częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy i prędkości stempla na moment skręcający M_{\max} na końcu produktu podczas wyciskania metodą KOBO w temperaturze 24°C



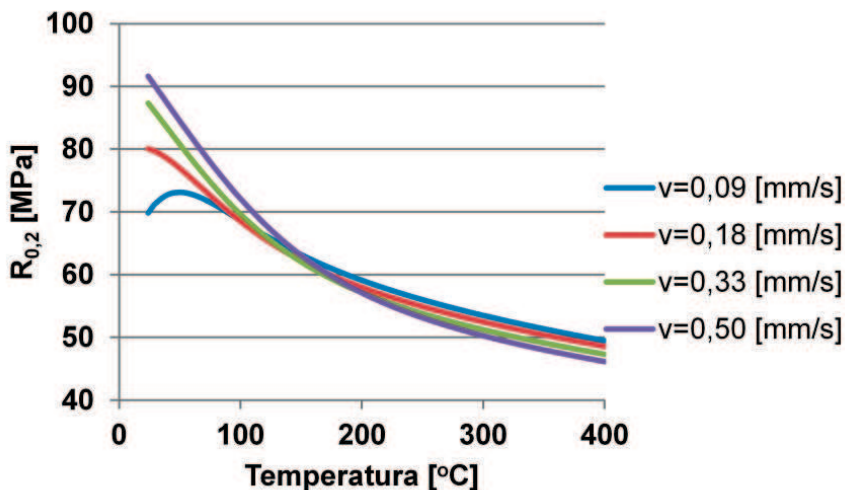
Rysunek 55. Symulacja wpływu temperatury i częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy dla prędkości stempla $v=0,09$ mm/s na granicę plastyczności $R_{0,2}$ (koniec produktu, wyciskanie metodą KOBO)



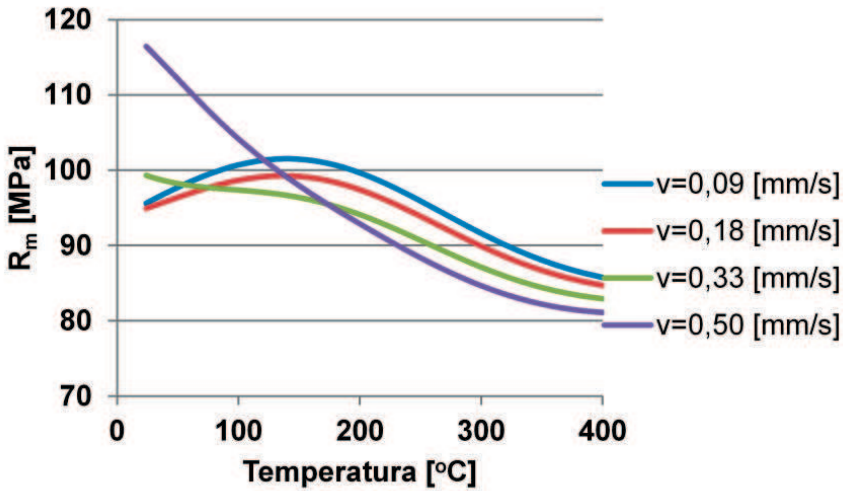
Rysunek 56. Symulacja wpływu temperatury i częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy dla prędkości stempla $v=0,09$ mm/s na wytrzymałość na rozciąganie R_m (koniec produktu, wyciskanie metodą KOBO)



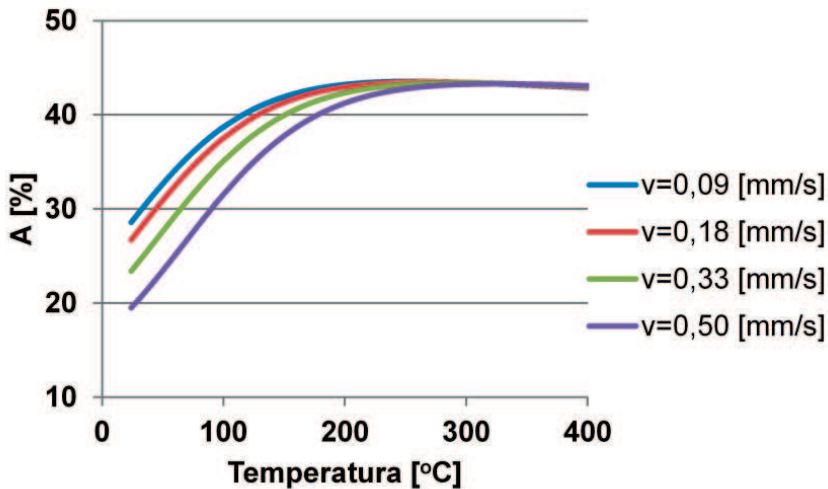
Rysunek 57. Symulacja wpływu temperatury i częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy dla prędkości stempla $v=0,09$ mm/s na wydłużenie A (koniec produktu, wyciskanie metodą KOBO)



Rysunek 58. Symulacja wpływu temperatury i prędkości stempla dla częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy $f=5$ Hz na granicę plastyczności $R_{0,2}$ (koniec produktu, wyciskanie metodą KOBO)



Rysunek 59. Symulacja wpływu temperatury i prędkości stempla dla częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy $f=5$ Hz na wytrzymałość na rozciąganie R_m (koniec produktu, wyciskanie metodą KOBO)



Rysunek 60. Symulacja wpływu temperatury i prędkości stempla dla częstotliwości rewersyjnego skręcania matrycy $f=5$ Hz na wydłużenie A (koniec produktu, wyciskanie metodą KOBO)

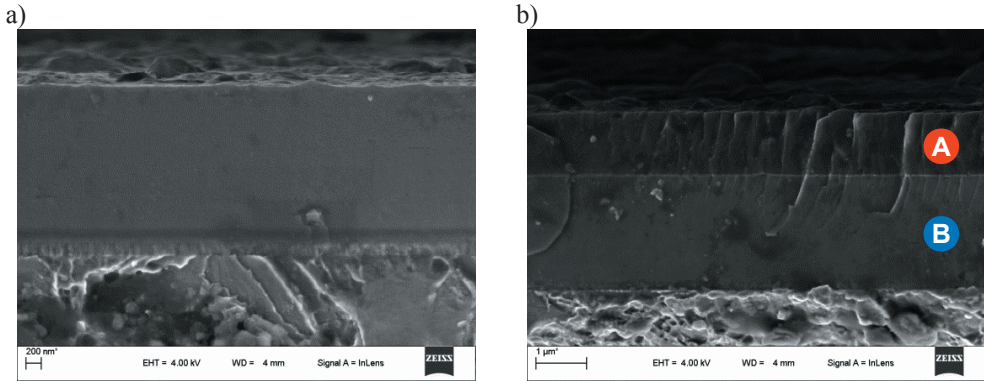
5.4. Struktura, skład chemiczny i fazowy powłok

Wykonane badania fraktograficzne w skaningowym mikroskopie elektronowym (rys. 61, 63, 65, 67) pozwalają stwierdzić, że badane powłoki, w zależności od zastosowanego systemu warstw wykazują strukturę jednowarstwową składającą się z twardej warstwy azotkowej oraz dwuwarstwową strukturę składającą się z twardej warstwy azotkowej i warstwy niskotarciowej. Stwierdzono również występowanie dobrze związanej z podłożem warstwy przejściowej na bazie chromu, która została wytworzona w celu poprawy przyczepności powłok do podłoża ze stali narzędziowej do pracy na gorąco.

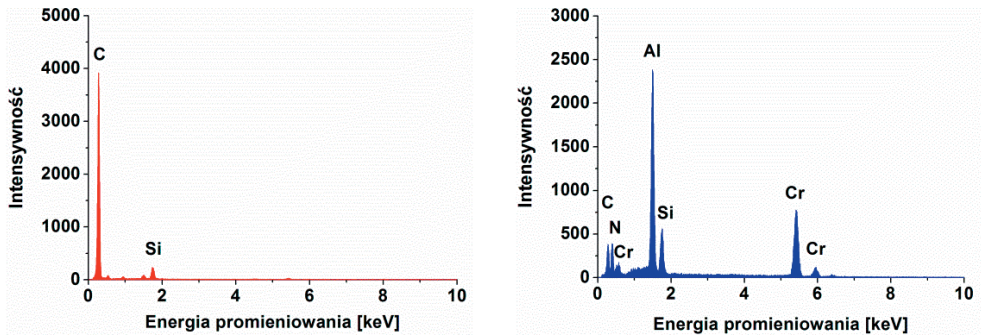
Poszczególne warstwy są równomiernie nałożone i szczelnie przylegają do siebie oraz materiału podłoża. Morfologia powierzchni przełomów badanych powłok charakteryzuje się zwartą strukturą. Jedynie w przypadku warstwy AlTiCrN występuje struktura kolumnowa (rys. 63). Badania fraktograficzne przełomów badanych próbek ze stali z naniesionymi na ich powierzchnię powłokami wykazują ostrą strefę przejścia między podłożem a powłoką, jak również pomiędzy warstwami tworzącymi powłokę.

Badania składu chemicznego powłok wykonane z wykorzystaniem systemu EDS (rys. 62, 64, 66) potwierdzają występowanie odpowiednich pierwiastków w analizowanych warstwach. W przypadku warstwy MoS₂ ze względu na jej małą grubość i charakterystykę padającej wiązki zastosowana metoda uniemożliwia dokonania precyzyjnej analizy jakościowej składu chemicznego (rys. 68).

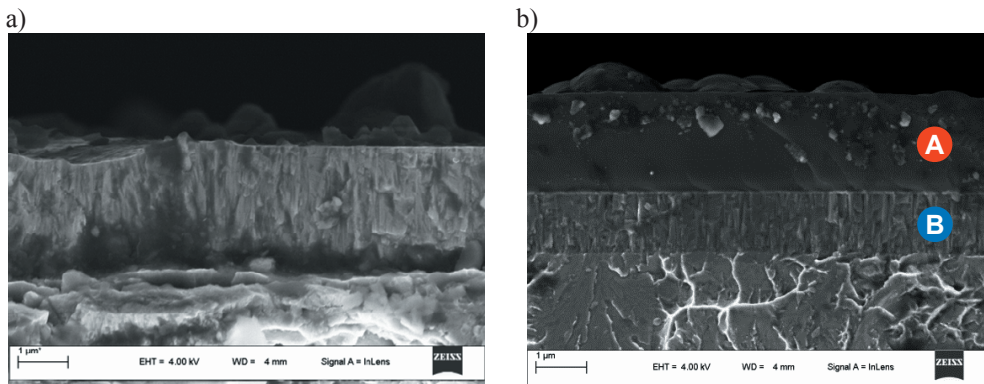
Obserwacje topografii powierzchni analizowanych powłok z wykorzystaniem metod elektronowej mikroskopii skaningowej (SEM) i mikroskopii sił atomowych (AFM) wykazały zróżnicowaną topografię powierzchni warstw azotkowych oraz niskotarciowych wytworzonych na powierzchni stali narzędziowej do pracy na gorąco. W zależności od rodzaju warstw można wyróżnić dwa typy morfologii. Pierwszy z nich występuje w przypadku warstw azotkowych wytworzonych techniką fizycznego osadzania z fazy gazowej metodą łukową i charakteryzuje się występowaniem pojedynczych mikrocząstek w kształcie kropeł (rys. 69). Natomiast drugi występuje w przypadku warstwy niskotarciowej DLC wytworzonej techniką chemicznego osadzania z fazy gazowej wspomaganego plazmą i charakteryzuje się dużą niejednorodnością związaną z występowaniem na powierzchni licznych cząstek w kształcie kropli lub zbliżonym do kulistego (rys. 70).



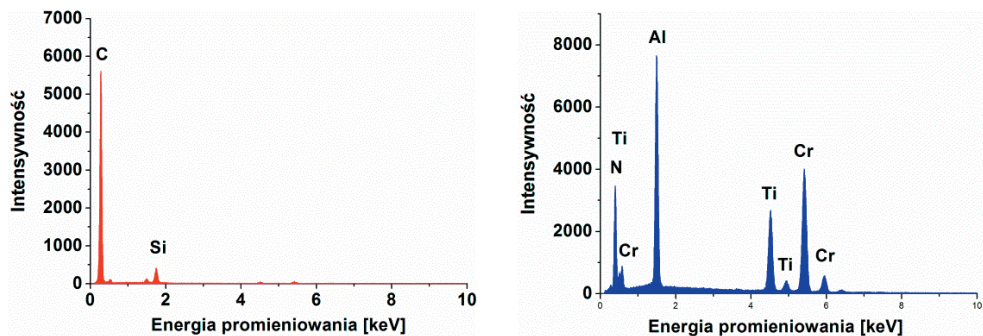
Rysunek 61. Powierzchnia przełomu powłoki: a) $CrAlSiN$, b) $CrAlSiN+DLC$ wytworzonej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1



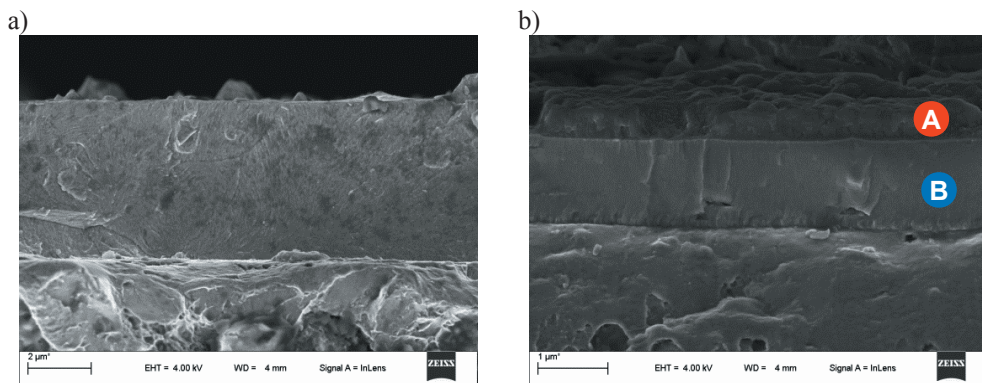
Rysunek 62. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego z mikroobszaru odpowiednio A i B, zgodnie z rys. 61b



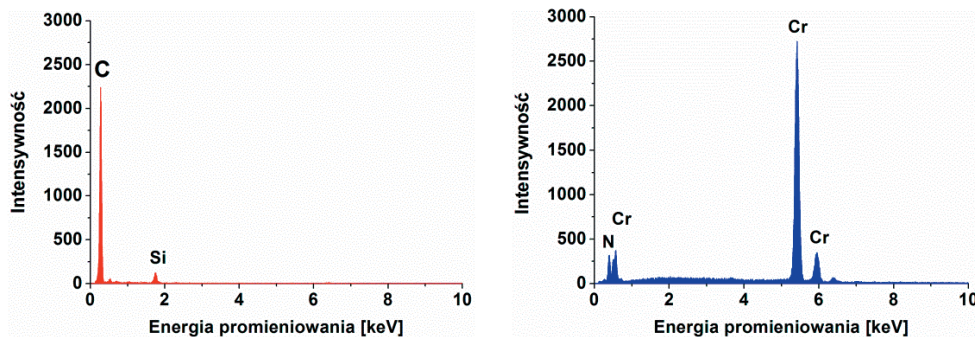
Rysunek 63. Powierzchnia przełomu powłoki: a) $AlTiCrN$, b) $AlTiCrN+DLC$ wytworzonej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1



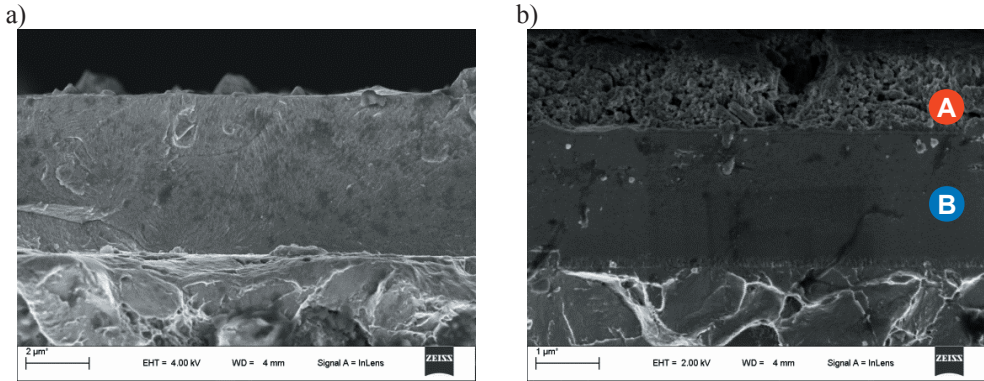
Rysunek 64. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego z mikroobszaru odpowiednio A i B, zgodnie z rys. 63b



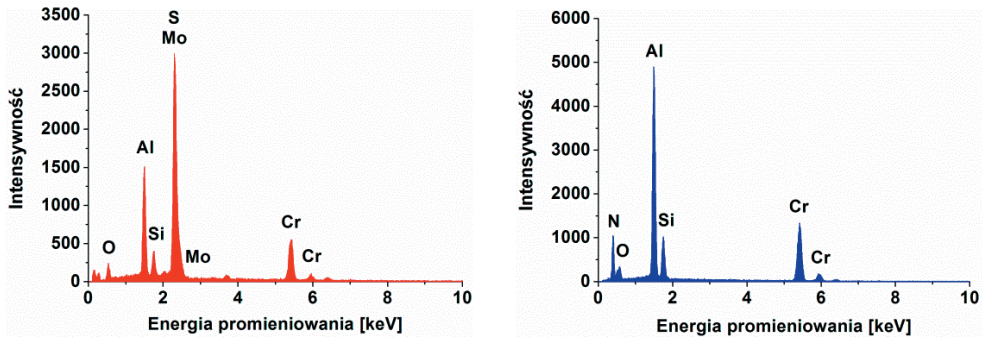
Rysunek 65. Powierzchnia przełomu powłoki: a) CrN, b) CrN+DLC wytworzonej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1



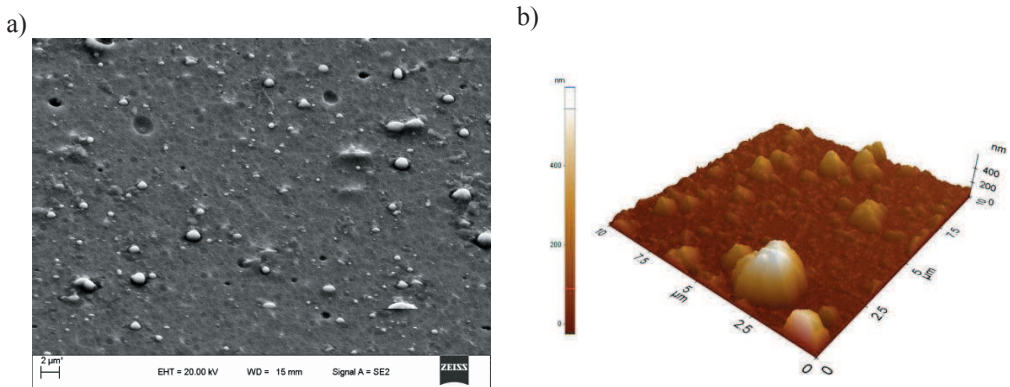
Rysunek 66. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego z mikroobszaru odpowiednio A i B, zgodnie z rys. 65b



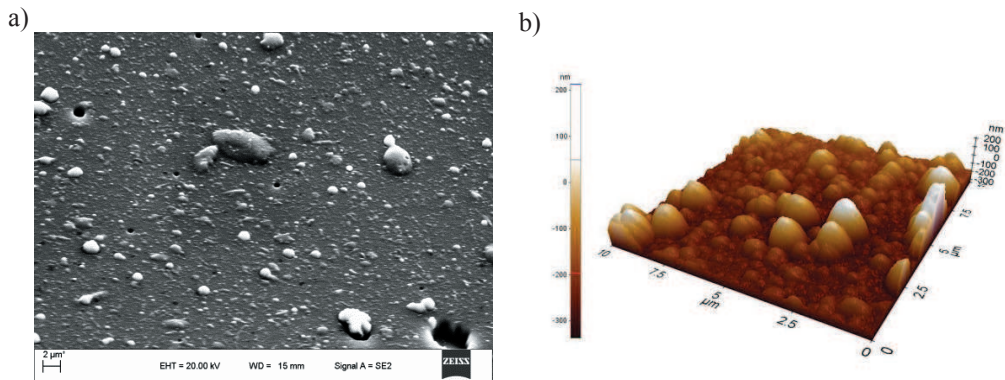
Rysunek 67. Powierzchnia przełomu powłoki: a) CrAlSiN, b) CrAlSiNN+MoS₂ wytworzonej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1



Rysunek 68. Wykres energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego z mikroobszaru odpowiednio A i B, zgodnie z rys. 67b



Rysunek 69. Topografia powierzchni powłoki CrAlSiN: a) SEM, b) AFM



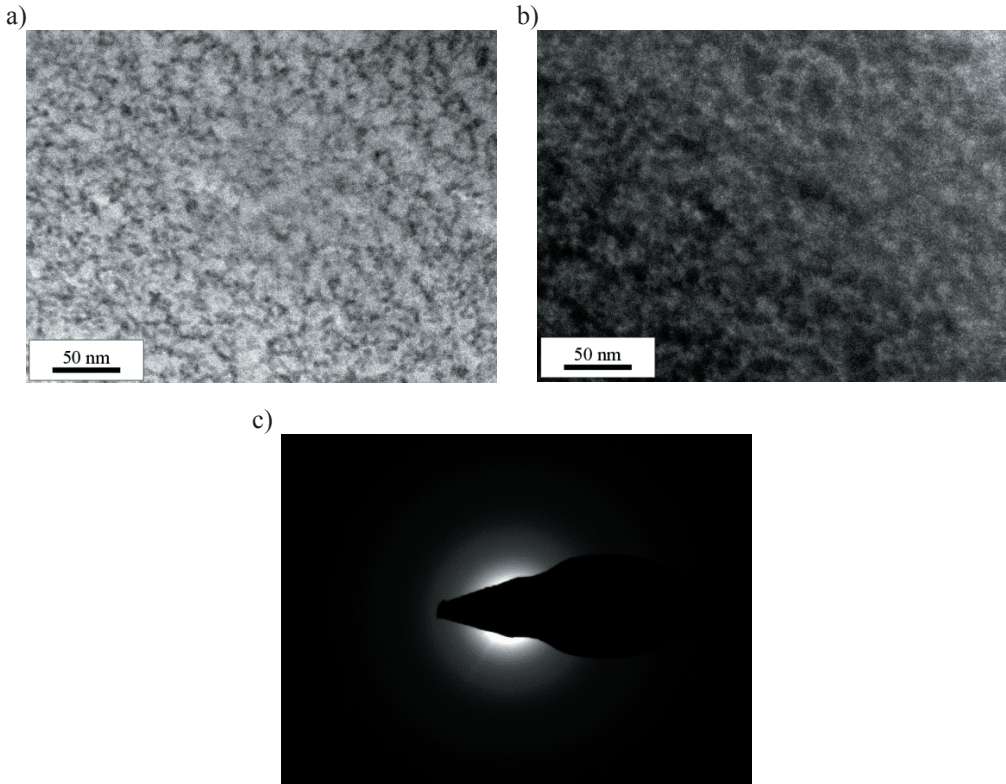
Rysunek 70. Topografia powierzchni powłoki CrAlSiN+DLC: a) SEM, b) AFM

Przeprowadzona dodatkowo analiza rozwinięcia powierzchni, określająca stosunek rzeczywistej powierzchni zmierzonej dla danej próbki do jej rzutu prostokątnego na płaszczyznę XY wykazała duże rozwinięcie w przypadku twardych warstw azotkowych. W wyniku nanoszenia warstwy niskotarciowej na powierzchnię warstw azotkowych następuje zwiększenie rozwinięcia powierzchni o około 5-10 % w zależności od rodzaju powłoki. Zrealizowane pomiary umożliwiły również wyznaczenie chropowatości (określone przez R_a) powierzchni warstw.

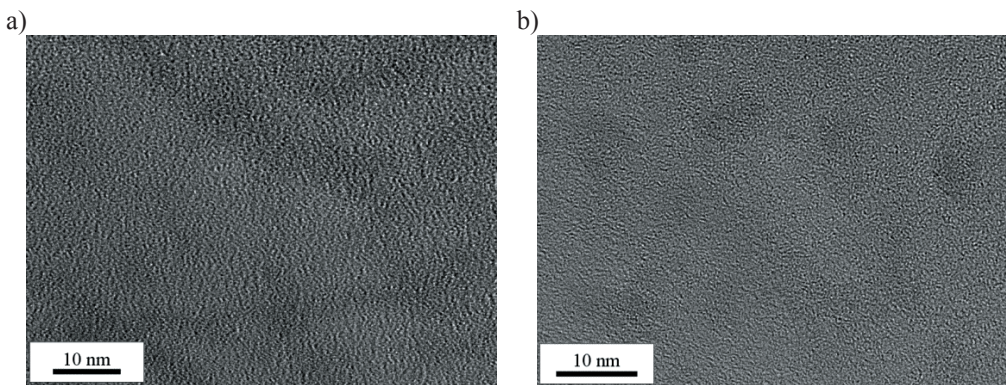
W celu określenia struktury i wielkości krystalitów w wytworzonych warstwach oraz zbadania charakteru stref przejściowych między podłożem a powłoką, jak również pomiędzy poszczególnymi warstwami w powłokach, wykonano badania przy użyciu wysokorozdzielczego transmisyjnego mikroskopu elektronowego. Wielkość i kształt ziarn w naniesionych warstwach określono z wykorzystaniem techniki pola ciemnego oraz na podstawie uzyskanych dyfrakcji elektronowych, które świadczyły o amorficznej lub nanokrystalicznej strukturze analizowanych warstw.

Wyniki badań uzyskanych przy użyciu transmisyjnej mikroskopii elektronowej potwierdzają amorficzny charakter warstwy niskotarciowej DLC. Otrzymane dyfraktogramy elektronowe wykazywały znaczne rozmycie pierścieni dyfrakcyjnych (rys. 71). Na rysunku 72 przedstawiono obraz TEM przy bardzo dużych powiększeniach uzyskany bez przesłony obiektywowej warstw DLC wytworzonych na różnych warstwach pośrednich. Obrazy te nie wykazują obecności uporządkowania dalekiego zasięgu (typowego dla struktury amorficznej).

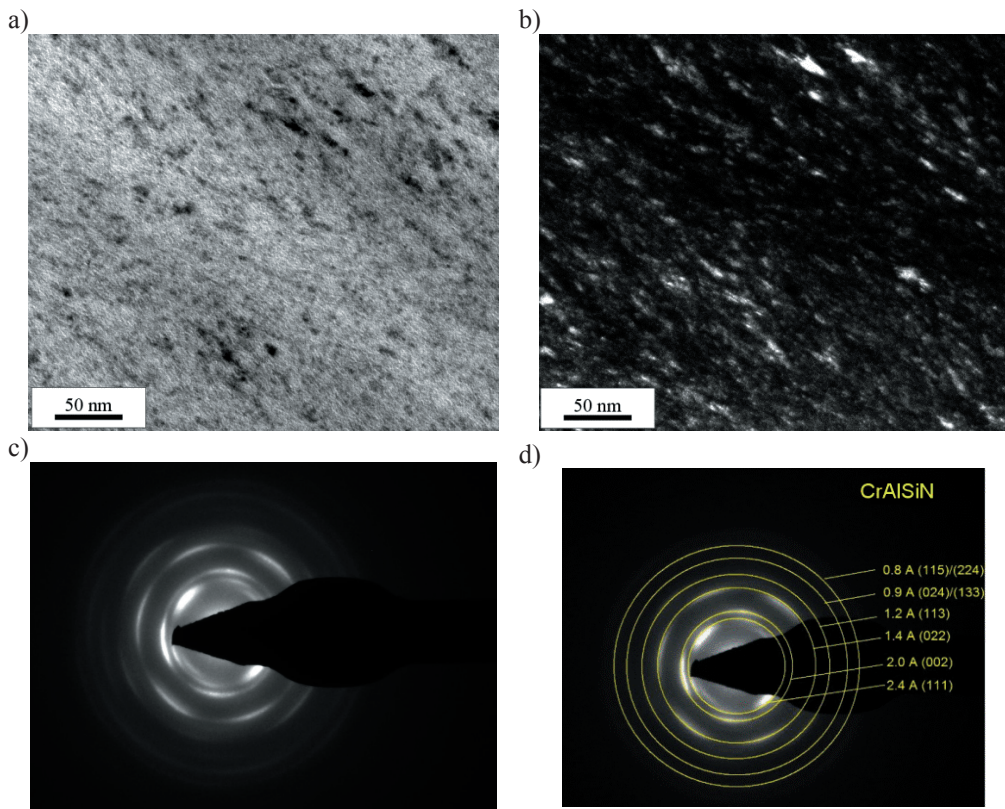
Na podstawie badań cienkich lamelek z przekroju poprzecznego warstw azotkowych (CrAlSiN, AlTiCrN oraz CrN) wytworzonych techniką PVD ustalono, że warstwy



Rysunek 71. Struktura warstwy DLC wchodzącej w skład powłoki $AlTiCrN+DLC$ wytworzonej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1: a) obraz w polu jasnym, b) obraz w polu ciemnym c) dyfraktogram z obszaru jak na rysunku a) i b)



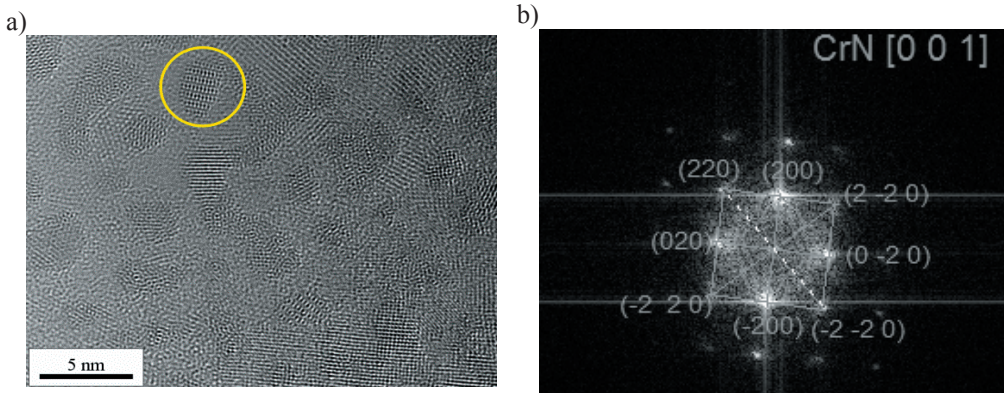
Rysunek 72. Obraz TEM przy bardzo dużych powiększeniach uzyskany bez przesłony obiektywowej warstwy niskotarciowej DLC wytworzonej na powierzchni twardej warstwy: a) $CrAlSiN$, b) CrN



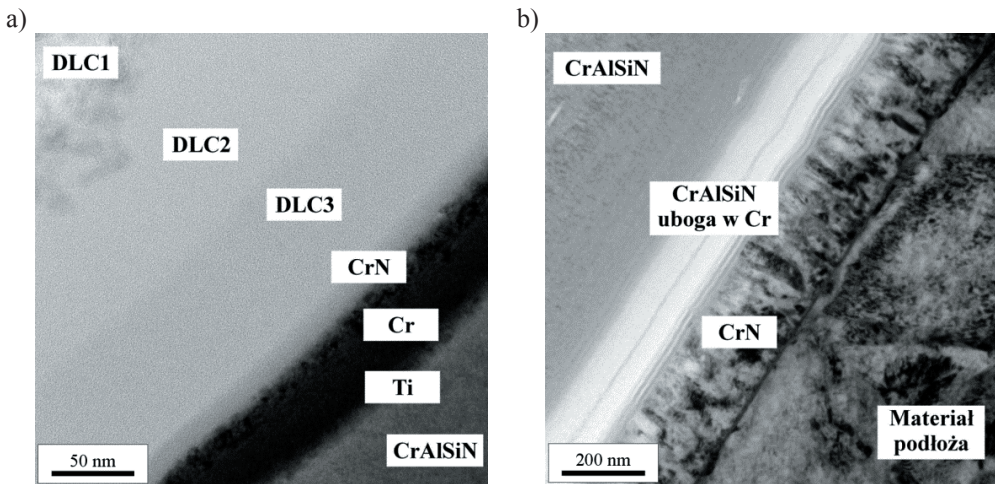
Rysunek 73. Struktura warstwy CrAlSiN wytworzonej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1: a) obraz w polu jasnym, b) obraz w polu ciemnym, c) dyfraktogram z obszaru jak na rysunku a) i b), d) rozwiązanie dyfraktogramu z rysunku c)

charakteryzują się zwartą budową o dużej jednorodności i wielkości ziarn mieszczących się w przedziale od 5 do 10 nm (rys. 73) w zależności od rodzaju warstwy. Już na podstawie obrazów TEM w polu jasnym można wywnioskować, że warstwy mają budowę nanokrystaliczną. Ciemne obszary pojawiające się na obrazie z pola jasnego (rys. 73) to krystality, które są zorientowane blisko osi pasów względem wiązki elektronowej. Obserwacje w polu ciemnym oraz obrazy dyfrakcyjne wykonane z coraz to mniejszych obszarów potwierdzają nanokrystaliczną strukturę badanych warstw azotkowych.

Ponadto na podstawie badań struktury warstwy azotkowej CrAlSiN za pomocą wysoko-rozdzielczej transmisyjnej mikroskopii elektronowej zaobserwowano małe krystaliczne ziarna CrN (CrAlSiN) o wielkości kilku nanometrów osadzone w amorficznej osnowie Si₃N₄, co może świadczyć o strukturze nanokompozytowej warstwy (rys. 74).



Rysunek 74. Wysokorozdzielczy obraz (HRTEM) warstwy CrAlSiN wytworzonej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1 (a) wraz z zindeksowaną transformacją Fouriera zaznaczonego obszaru (b)



Rysunek 75. Struktura stref przejściowych pomiędzy: a) warstwą DLC a CrAlSiN, b) warstwą CrAlSiN a materiałem podłoża występujących w powłoce CrAlSiN+DLC wytworzonej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1

Istotą wysokiej adhezji wytworzonych powłok do materiału podłoża i między poszczególnymi warstwami w powłokach oraz możliwości ich synergicznego współdziałania jest istnienie stref przejściowych w przypadku każdej z powłok. Na przykładzie powłoki CrAlSiN+DLC (rys. 75) przedstawiono charakter połączenia występujący pomiędzy zewnętrzną warstwą niskotarciową DLC a twardą nanokrystaliczną warstwą azotkową CrAlSiN, jak również pomiędzy rdzeniem pokrytego narzędzia a warstwą CrAlSiN.

W przypadku strefy przejściowej pomiędzy warstwą niskotarciową DLC a twardą warstwą CrAlSiN można wyróżnić 7 odrębnych podstref, dających różny kontrast na obrazach TEM w polu jasnym:

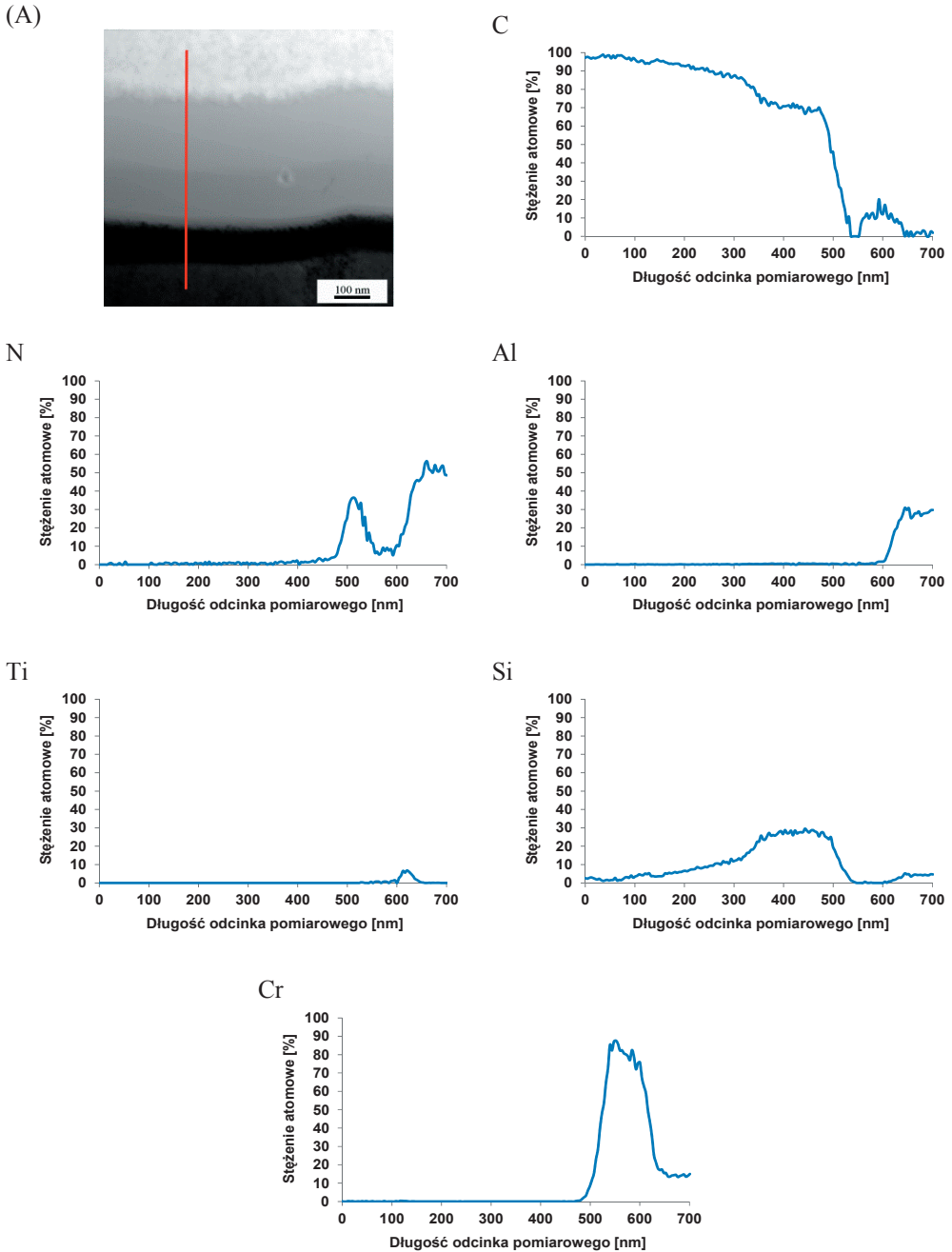
- warstwa właściwa niskotarciowa DLC (oznaczona jako DLC1),
- warstwa DLC ze wzrastającym stężeniem Si i malejącym C (oznaczona jako DLC2),
- warstwa DLC o stałym stężeniu Si i C (oznaczona jako DLC3),
- warstwa CrN,
- warstwa Cr,
- warstwa Ti,
- warstwa właściwa CrAlSiN.

W celu potwierdzenia występowania zmiany składu chemicznego poszczególnych podwarstw pomiędzy warstwą niskotarciową DLC a warstwą CrAlSiN wykonano na spektrometrze energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego EDS analizę liniową (rys. 76) oraz z zastosowaniem transmisyjnej mikroskopii elektronowej z filtracją energii (EFTEM) analizę powierzchniową rozmieszczenia pierwiastków (rys. 77). Charakter zmian stężenia pierwiastków wskazuje na istnienie wymienionych podwarstw.

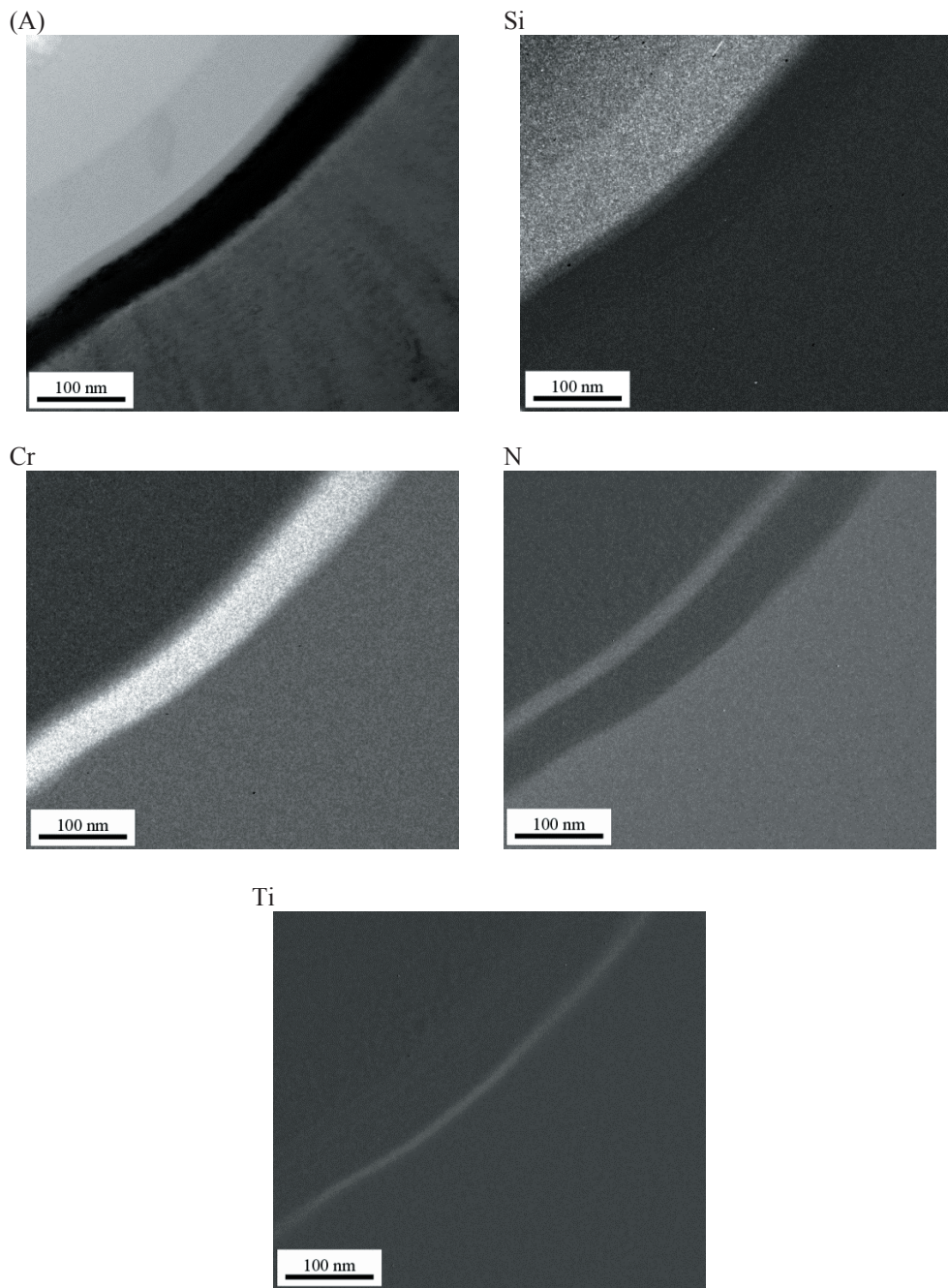
Warstwa DLC począwszy od około 300 nm wykazuje zwiększone stężenie Si (rys. 76 i 77), przy czym są widoczne dwie podwarstwy – DLC2 oraz DLC3 (rys. 78). W pierwszej następuje wzrost stężenia Si i spadek stężenia C, w drugiej utrzymują się one na stałym poziomie. Obydwie są amorficzne i nierozróżnialne na obrazie dyfrakcyjnym. W wyniku rentgenowskiej mikroanalizy ilościowej EDS uzyskano informacje o masowym i atomowym stężeniu poszczególnych pierwiastków w badanych punktowo mikroobszarach podwarstw DLC1 oraz DLC3 (rys. 78, tablica 13). Kolejne podwarstwy CrN oraz Cr i Ti (rys. 79) zostały wytworzone w celu poprawy przyczepności warstwy niskotarciowej DLC do powierzchni twardej warstwy azotkowej.

W przypadku strefy przejściowej pomiędzy twardą warstwą CrAlSiN a materiałem podłoża można wyróżnić 4 podstrefy:

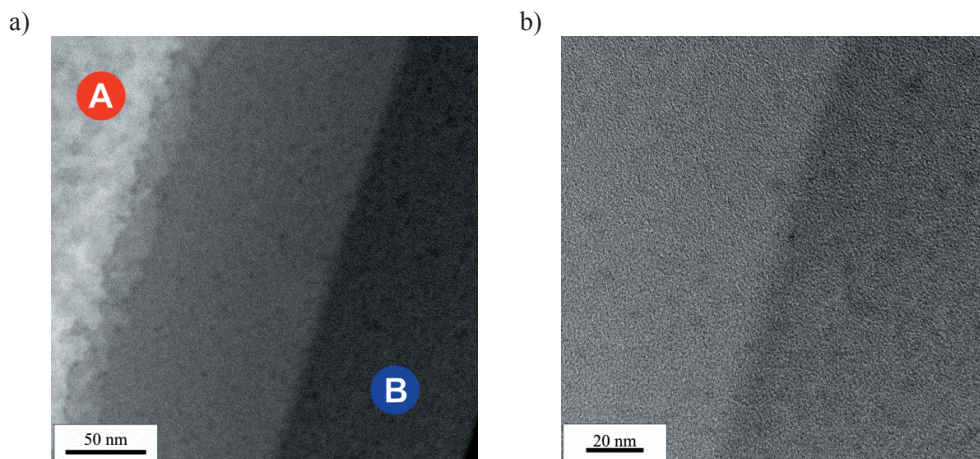
- warstwa właściwa CrAlSiN,
- warstwa CrAlSiN o znacznie mniejszym stężeniu Cr,
- warstwa CrN,
- materiał podłoża.



Rysunek 76. Struktura strefy przejściowej występującej pomiędzy warstwą niskotarciową DLC a twardą warstwą CrAlSiN: obraz uzyskany w trybie STEM (A) oraz liniowy rozkład pierwiastków uzyskany w trybie STEM z wykorzystaniem EDS



Rysunek 77. Struktura strefy przejściowej występującej pomiędzy warstwą niskotarciową DLC a twardą warstwą CrAlSiN: obraz uzyskany z wykorzystaniem EFTEM (A) oraz mapy EFTEM rozmieszczenia pierwiastków



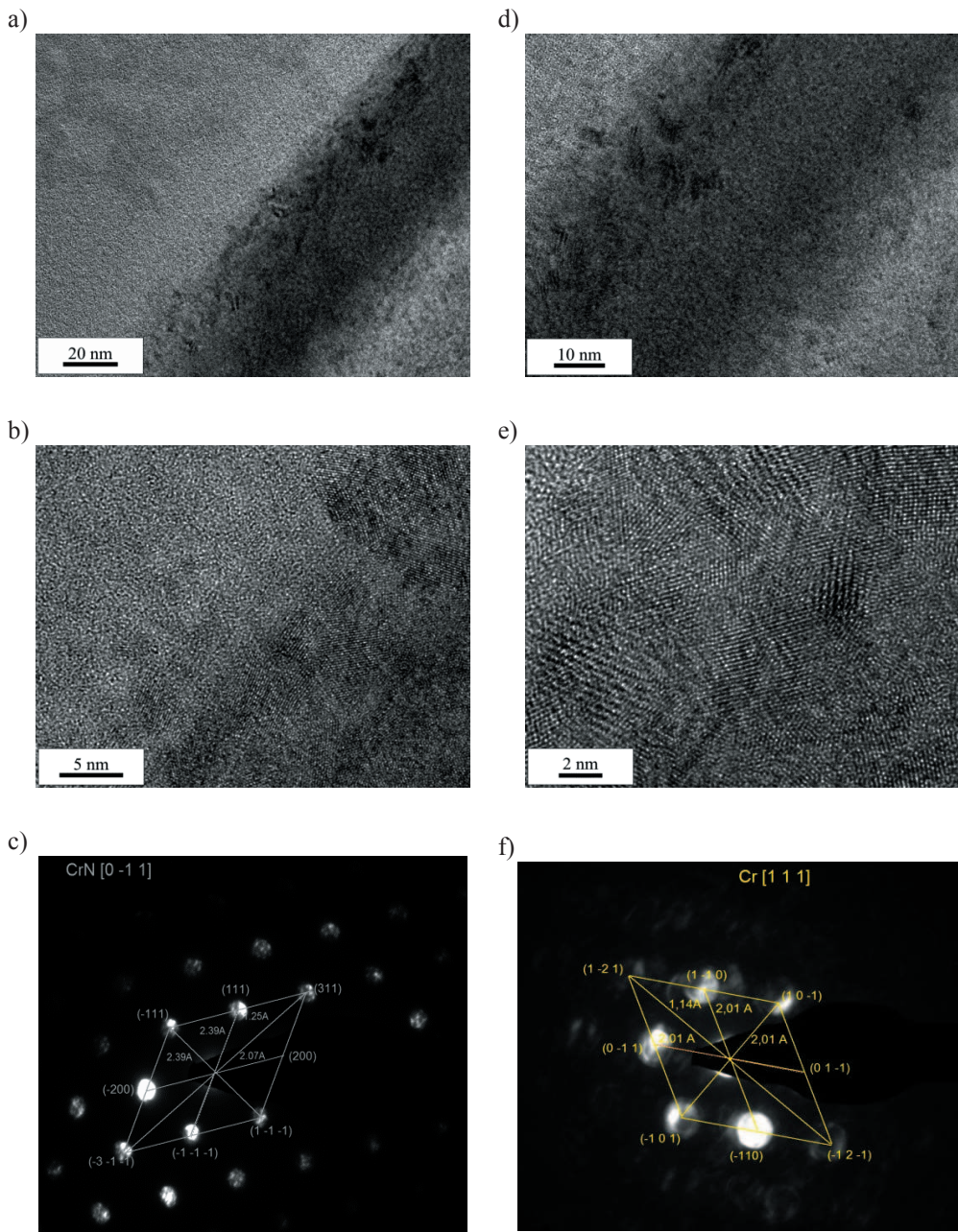
Rysunek 78. Struktura warstwy DLC wchodzącej w skład powłoki CrN+DLC wytworzonej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1:
a) obraz podwarstw DLC1, DLC2 i DLC3, b) obraz podwarstw DLC2 i DLC3

Tablica 13. Wyniki ilościowej analizy składu chemicznego warstw DLC1 i DLC3 z rysunku 78

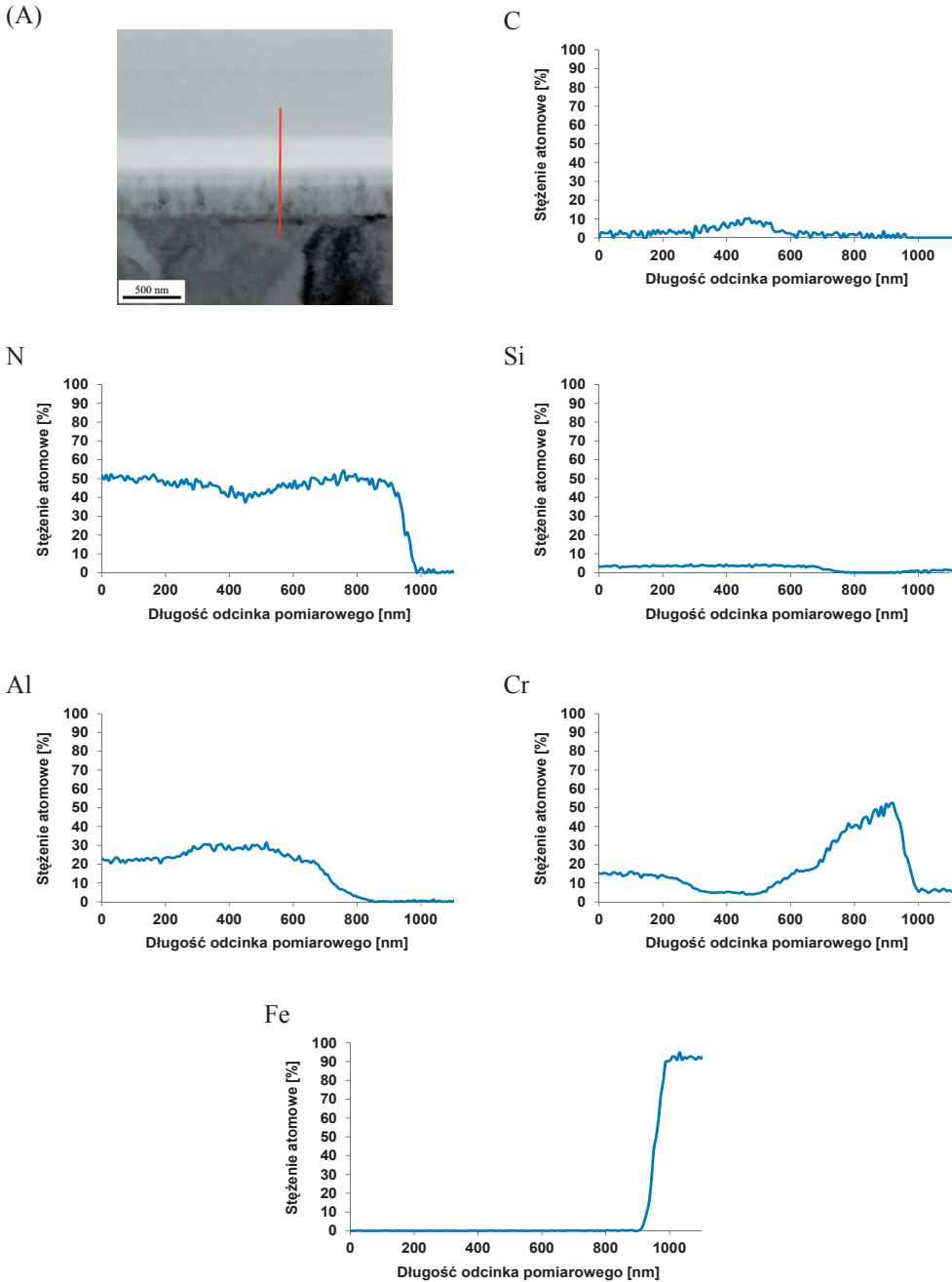
Analizowany pierwiastek	Stężenie, %	
	masowe	atomowe
punkt A		
C	63,9	79,7
O	2,6	2,5
Si	33,5	17,8
punkt B		
C	97,9	98,6
O	1,3	1,0
Si	0,8	0,4

W celu potwierdzenia występowania poszczególnych podwarstw pomiędzy twardą warstwą CrAlSiN a materiałem podłoża wykonano analizę liniową przy użyciu spektrometru energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego EDS (rys. 80) oraz analizę powierzchniowego rozmieszczenia pierwiastków z zastosowaniem transmisyjnej mikroskopii elektronowej z filtracją energii – EFTEM (rys. 81). Charakter zmian stężenia pierwiastków wskazuje na istnienie wymienionych podwarstw.

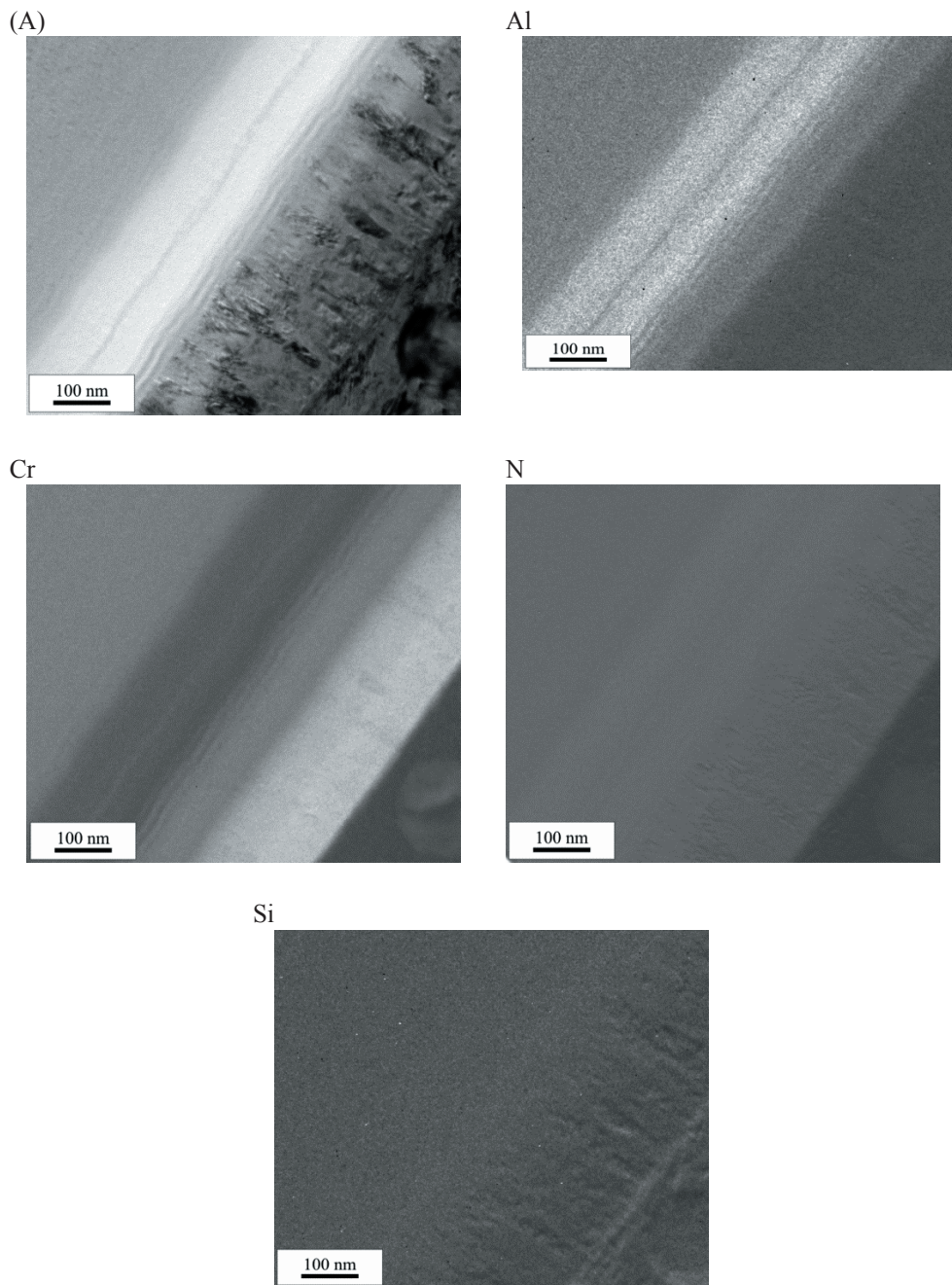
Na rysunku 82 przedstawiono strukturę podwarstwy CrAlSiN o mniejszym stężeniu Cr, natomiast na rysunku 83 strukturę podwarstwy CrN, które tworzą strefę przejściową pomiędzy warstwą CrAlSiN a materiałem podłoża. W wyniku badań dyfrakcyjnych stwierdzono, że warstwa CrAlSiN zubożona w Cr jest amorficzna (rys. 82c), z kolei warstwa CrN wykazuje budowę krystaliczną (rys. 83c).



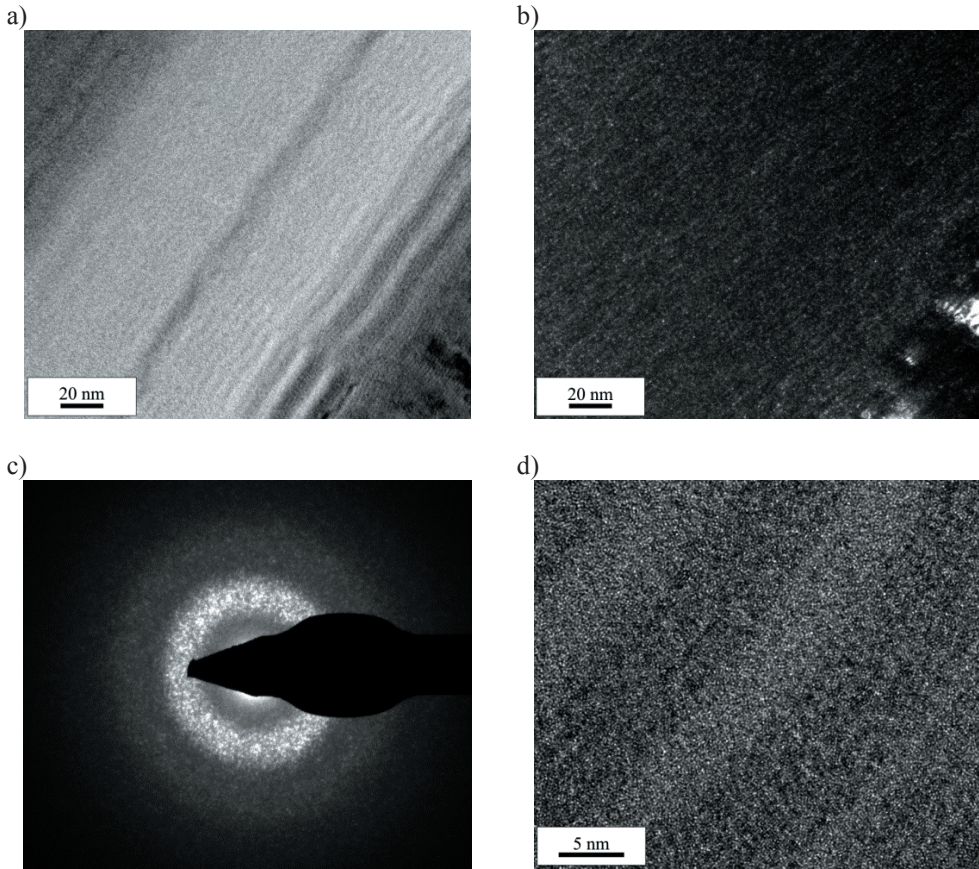
Rysunek 79. Wysokorozdzielczy obraz (HRTEM) struktury strefy przejściowej występującej pomiędzy warstwą niskotarciową DLC a twardą warstwą CrAlSiN: a, b) podwarstwa CrN, c) mikrodyfrakcja z obszaru jak na rysunku c) wraz z rozwiązaniem, d, e) podwarstwa Cr, f) mikrodyfrakcja z obszaru jak na rysunku e) wraz z rozwiązaniem



Rysunek 80. Struktura strefy przejściowej występującej pomiędzy twardą warstwą CrAlSiN a materiałem podłoża: obraz uzyskany z wykorzystaniem trybu STEM (A) oraz liniowy rozkład pierwiastków uzyskany w trybie STEM z wykorzystaniem EDS

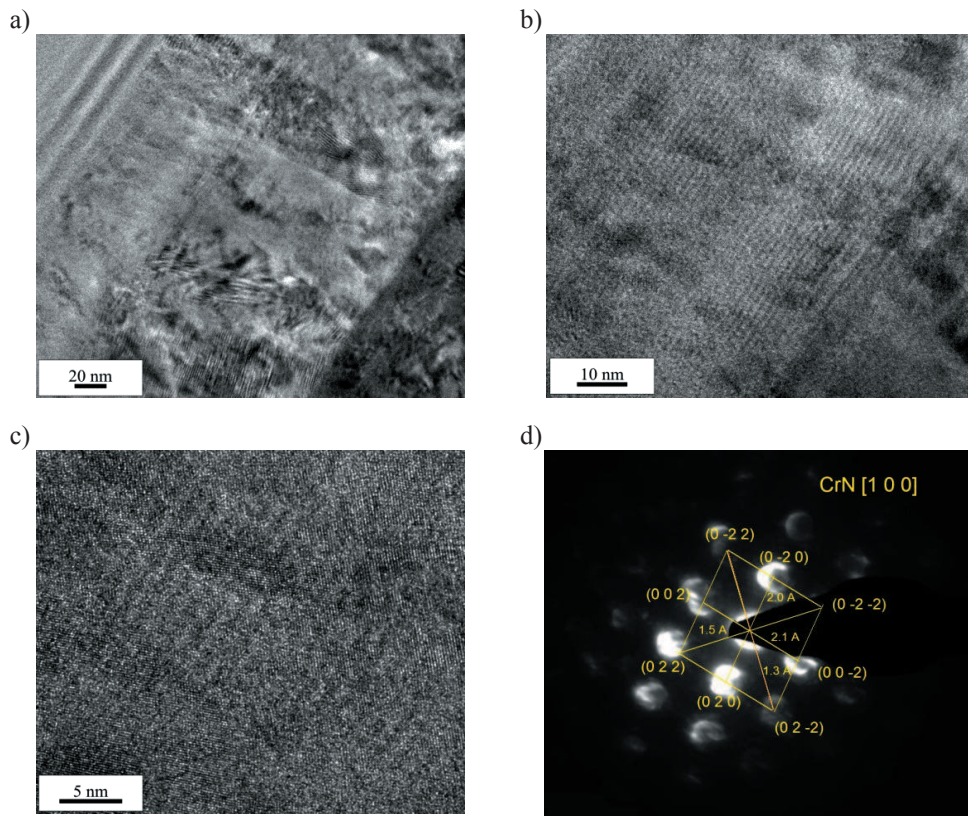


Rysunek 81. Struktura strefy przejściowej występującej pomiędzy twardą warstwą CrAlSiN a materiałem podłoża: obraz uzyskany z wykorzystaniem trybu EFTEM (A) oraz mapy rozmieszczenia pierwiastków

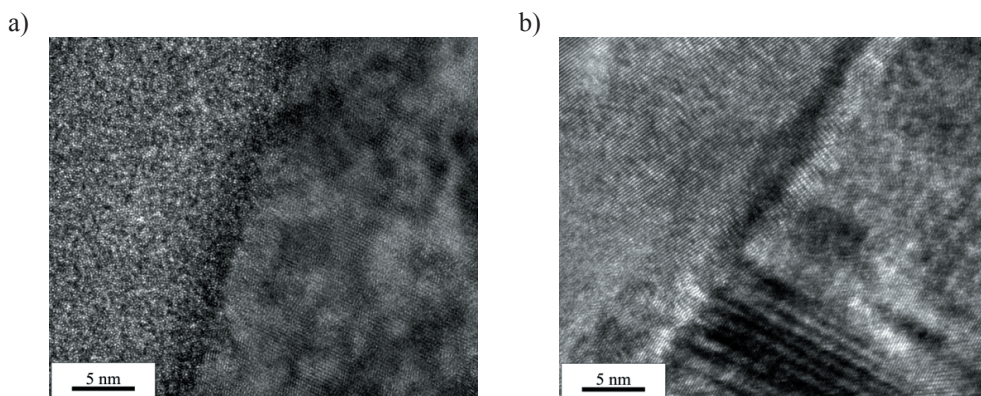


Rysunek 82. Struktura podwarstwy CrAlSiN zubożonej w Cr strefy przejściowej występująca pomiędzy twardą warstwą CrAlSiN a materiałem podłoża: a) obraz w polu jasnym, b) obraz w polu ciemnym c) dyfraktogram z obszaru jak na rysunku a) i b), d) obraz wysokorozdzielczy (HRTEM)

Wykonane badania wskazują na istnienie obszarów przejściowych o zmiennym stężeniu pierwiastków występujących w obszarze połączenia pomiędzy poszczególnymi warstwami tworzącymi strefy przejściowe. Charakter zmian w obszarze połączenia, tj. zwiększenie stężenia pierwiastków wchodzących w skład podłoża, przy równoczesnym zmniejszającym się stężeniu pierwiastków tworzących warstwy lub pomiędzy poszczególnymi warstwami może świadczyć o istnieniu dyfuzyjnych obszarów przejściowych pomiędzy kolejnymi warstwami oraz materiałem podłoża, wpływającymi na zwiększenie przyczepności nanoszonych powłok do podłoża.



Rysunek 83. Wysokorozdzielczy obraz (HRTEM) struktury: a, b, c) podwarstwy CrN strefy przejściowej występującej pomiędzy twardą warstwą CrAlSiN a materiałem podłoża, d) mikrodyfrakcja z obszaru jak na rysunku c) wraz z rozwiązaniem



Rysunek 84. Wysokorozdzielczy obraz (HRTEM) struktury podwarstwy CrN wytworzonej na powierzchni stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1

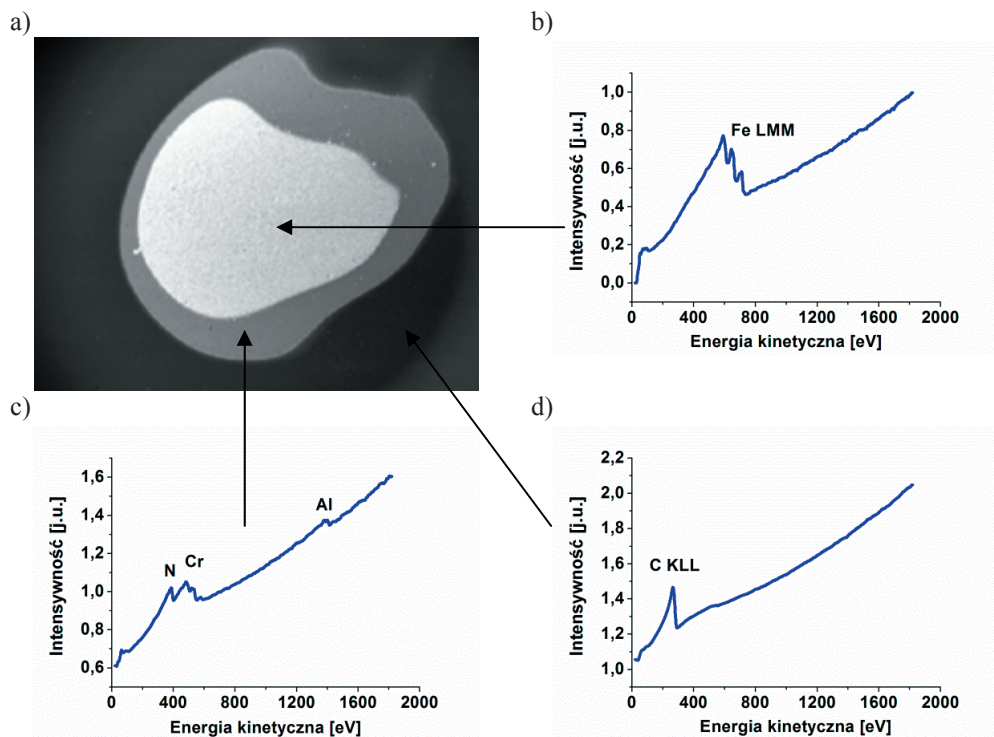
Badania próbek ze stali X40CrMoV5-1 z naniesionymi na ich powierzchnię powłokami przy użyciu wysokorozdzielczej transmisyjnej mikroskopii elektronowej wykazują ostrą strefę przejścia między podłożem a powłoką (rys. 84). Generalnie brak jakichkolwiek przesłanek, które mogłyby sugerować epitaksjalny wzrost badanych warstw.

5.5. Pozostałe wyniki badań fizykochemicznych, strukturalnych i krystalograficznych warstw wierzchnich

Zmiany stężenia chemicznego składników powłoki oraz analizę stanu chemicznego pierwiastków dokonano na podstawie badań techniką spektroskopii elektronów Augera (AES) i spektroskopii fotoelektronów rentgenowskich (XPS). Średnica otrzymanego na skutek bombardowania jonami Xe⁺ krateru wynosi około 3,5 mm i jest zależna od kolimacji wiązki padających jonów oraz ustawionego obszaru trawienia w zastosowanym dziale jonowym (rys. 85a). Widoczne trzy obszary o różnym odcieniu szarości odpowiadają warstwie niskotarciowej (zewnątrzny), twardej warstwie azotkowej (przejściowy) oraz podłożu ze stali X40CrMoV5-1 (środkowy) o średnicy około 1,5 mm. Na podstawie badań składu chemicznego metodą AES w obszarze powłok potwierdzono zgodny z założeniami skład chemiczny poszczególnych warstw tworzących powłoki, natomiast na dnie powstałego w wyniku trawienia jonami Xe⁺ krateru stwierdzono występowanie pierwiastków wchodzących w skład podłoża.

Widmo przeglądowe elektronów Augera uzyskane z materiału podłoża (stal narzędziowa do pracy na gorąco X40CrMoV5-1) przedstawiono na rysunku 85b. Dla energii kinetycznej elektronów Augera w zakresie 500-800 eV widoczna jest grupa trzech refleksów odpowiadających przejściu elektronów pomiędzy powłokami LMM dla żelaza. Małe refleksy występujące przy wartości energii kinetycznej 500 eV oraz 300 eV odpowiadają przejściom elektronowym Cr LMM i C KLL. Na zarejestrowanym widmie, w zakresie energii kinetycznej elektronów Augera poniżej 100 eV widoczna jest złożona struktura linii spektralnej odpowiadająca przejściom elektronowym Fe LMM oraz Cr LMM. Pozostałe pierwiastki jak molibden, wanad, tlen, stanowiące dodatki stopowe lub domieszki w stali zostały zarejestrowane za pomocą techniki spektroskopii fotoelektronów wzbudzanych promieniowaniem rentgenowskim XPS.

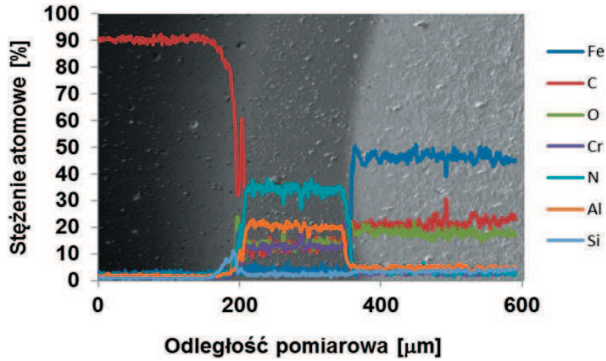
Widmo przeglądowe elektronów Augera otrzymane z obszaru występowania warstwy azotkowej CrAlSiN przedstawiono na rysunku 85c. Charakterystyczne maksima odpowiadające przejściom elektronowym dla N KLL, Cr LMM, Al KLL odpowiadają podstawowym składnikom warstwy CrAlSiN. Obecność pierwiastka krzemu została potwierdzona badaniami XPS.



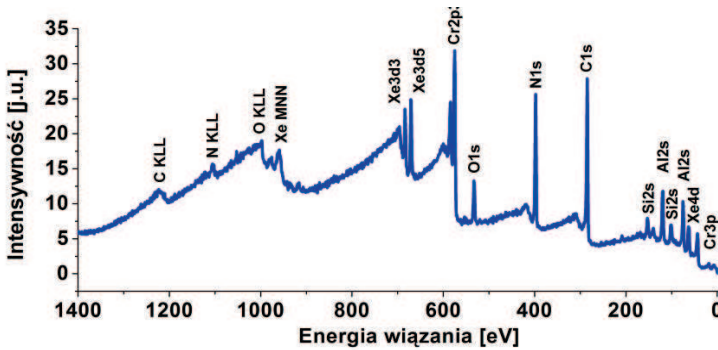
Rysunek 85. Widmo AES dla poszczególnych warstw powłoki CrAlSiN+DLC wytworzonej na powierzchni stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1: a) topografia powierzchni krateru trawionego jonami Xe⁺, b) materiał podłoża, c) warstwa CrAlSiN, d) warstwa DLC

Zewnętrzna część badanego krateru odpowiada występowaniu obszaru warstwy DLC trawionej jonami ksenonu oraz w dalszej odległości obszaru nietrawionego wiązką jonów. Widmo elektronów Augera uzyskane z obszaru trawionego wykazuje szeroki refleks w zakresie energii kinetycznej 200-300 eV odpowiadający przejściu KLL dla atomów węgla (rys. 85d). Ciemny kontrast powierzchni z obszaru widocznego na zewnątrz krateru odpowiada nietrawionej warstwie DLC, zawierającej tylko powierzchniowe zanieczyszczenia związkami tlenu. Względny stosunek stężenia tlenu do węgla wyznaczony z badań dla warstwy DLC metodą XPS wynosi 0,02. Tak niska wartość świadczy o wysokiej jakości chemicznej uzyskanej warstwy.

Dokonano również analizy rozkładu poszczególnych pierwiastków występujących w badanych warstwach (rys 86). Występowanie tlenu i węgla należy łączyć ze zjawiskiem kontaminacji. Szczególnie wysokie stężenie węgla i chromu zaobserwowano w strefie przejściowej pomiędzy warstwą DLC a warstwą azotkową, co odpowiada wynikom wcześniejszych badań wykonanych w transmisyjnym mikroskopie elektronowym.



Rysunek 86. Profil liniowy składu chemicznego (AES) powłoki CrAlSiN+DLC wytworzonej na powierzchni stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1



Rysunek 87. Widmo XPS uzyskane z powłoki CrAlSiN+DLC wytworzonej na powierzchni stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1

W wyniku badań analizowanych powłok naniesionych na podłoże ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1 wykonanych za pomocą techniki XPS uzyskano widma przeglądowe, wykazujące obecność linii fotoelektrycznych charakterystycznych dla pierwiastków, które zostały użyte do wytworzenia badanych powłok (rys. 87). Wyznaczone z pomiarów linii rdzeniowych O1s, Cr2p, N1s, Si2p, Al2p, C1s, Mo3d, S2p metodą XPS skład chemiczny warstw przedstawiono w tablicach 14-19. Linie fotoelektryczne zlokalizowane przy energii 670,8 eV oraz 683,5 eV pochodzą od pasma 3d elektronów atomów ksenonu, które zostały użyte do powstania krateru.

Analizę stanu chemicznego pierwiastków wchodzących w skład powłok wykonano z wykorzystaniem metody XPS. Jak pokazano na rysunku 88 w przypadku powłoki CrAlSiN+DLC dokonano analizy węgla 1s, azotu 1s, chromu 2p, aluminium 2p oraz krzemu 2s.

Tablica 14. Wyniki ilościowej analizy składu chemicznego warstwy CrAlSiN (XPS)

Pierwiastek	Cr	Al	Si	N	C	O
Stężenie atomowe	17,19	14,93	3,54	30,35	17,06	16,93
Stężenie masowe	38,91	17,53	4,32	18,52	8,92	11,80

Tablica 15. Wyniki ilościowej analizy składu chemicznego warstwy AlTiCrN (XPS)

Pierwiastek	Cr	Al	Ti	N	C	O
Stężenie atomowe	20,79	23,56	7,25	31,12	7,11	10,17
Stężenie masowe	39,34	23,13	12,63	15,87	3,11	5,92

Tablica 16. Wyniki ilościowej analizy składu chemicznego warstwy TiAlSiN (XPS)

Pierwiastek	Ti	Al	Si	N	C	O
Stężenie atomowe	21,28	17,49	4,02	34,11	10,47	12,63
Stężenie masowe	42,28	19,59	4,68	19,84	5,22	8,39

Tablica 17. Wyniki ilościowej analizy składu chemicznego warstwy CrN (XPS)

Pierwiastek	Cr	N
Stężenie atomowe	55,5	44,5
Stężenie masowe	82,6	17,4

Tablica 18. Wyniki ilościowej analizy składu chemicznego warstwy DLC (XPS z powierzchni)

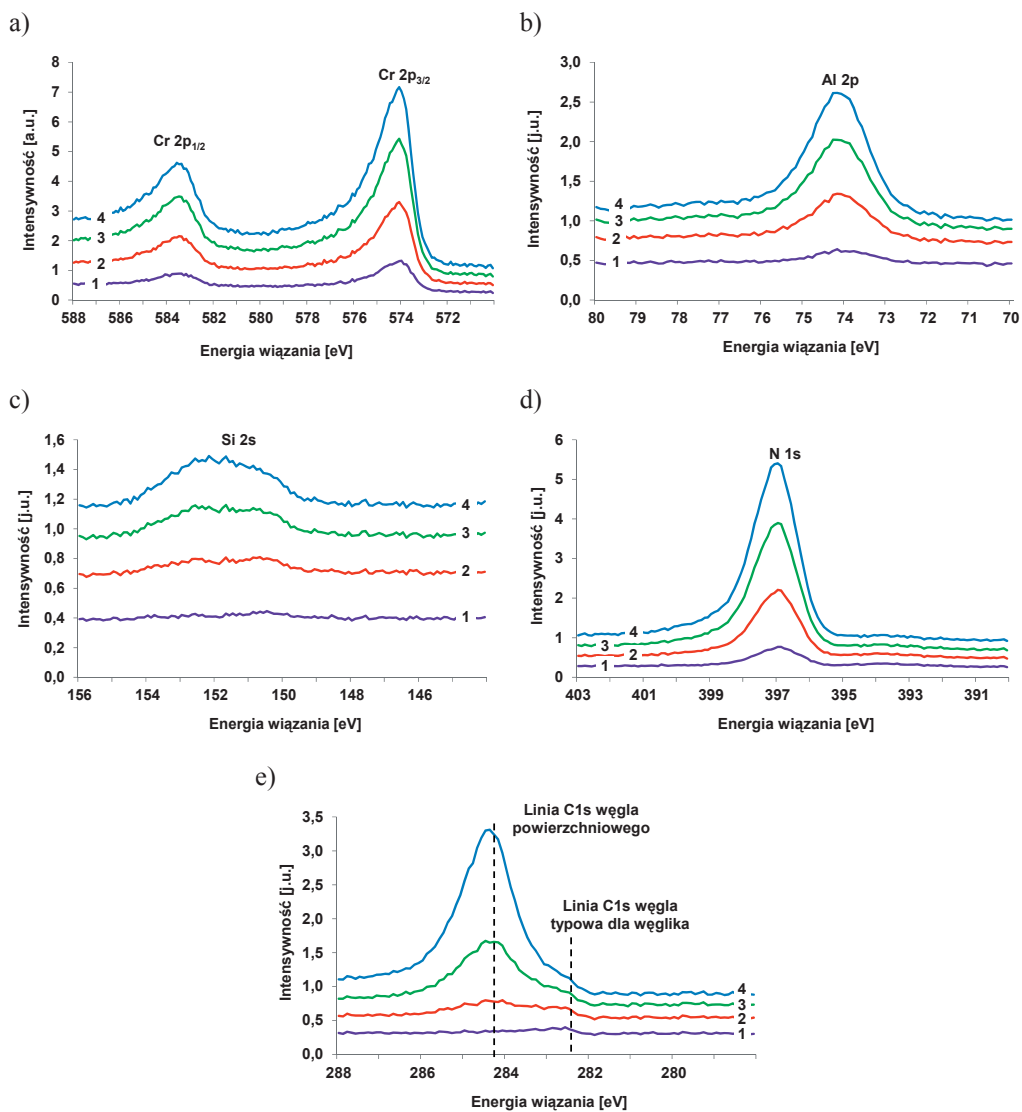
Pierwiastek	C	O
Stężenie atomowe	97,9	2,1
Stężenie masowe	97,2	2,8

Tablica 19. Wyniki ilościowej analizy składu chemicznego warstwy MoS₂ (XPS)

Pierwiastek	Mo	S
Stężenie atomowe	67,8	32,2
Stężenie masowe	86,3	13,7

Widmo linii Cr2p wykazuje pojedynczy dublet przy energii wiązania 574,1 eV dla stanu Cr2p_{3/2} charakterystycznego dla energii wiązania atomów chromu w powłokach. Energia wiązania dla linii N1s wynosząca 397 eV odpowiada związkowi CrN. Kształt linii C1s zawiera cztery składowe, z których dwie są wyraźnie widoczne przy energii 284,8 eV and 282,1 eV (rys. 88e). Składowa o największej intensywności o energii 284,8 eV może zostać przypisana do węgla powierzchniowego (związki alifatyczne węgla) nie pochodzące z procesu nanoszenia powłok. Położenie linii o mniejszej energii wiązania 282,1 jest typowe dla węglików. Złożony

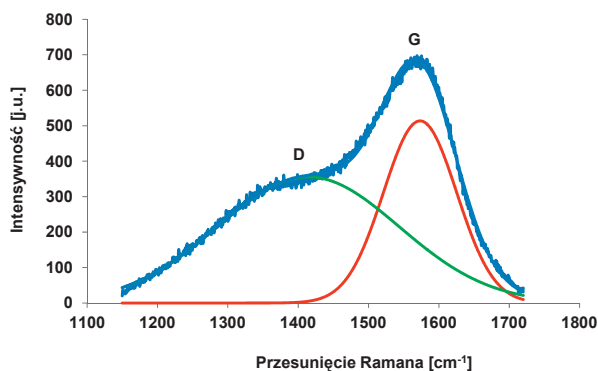
kształt linii obserwowany przy energii wiązania około 288 eV odpowiada tlenkom węgla adsorbowanym na powierzchni powłoki. Natomiast składowa występująca przy energii 286 eV może być przypisana wiązaniu C-N (występującemu w warstwie) bądź wiązaniu C-O (w wyniku utlenienia lub kontaminacji).



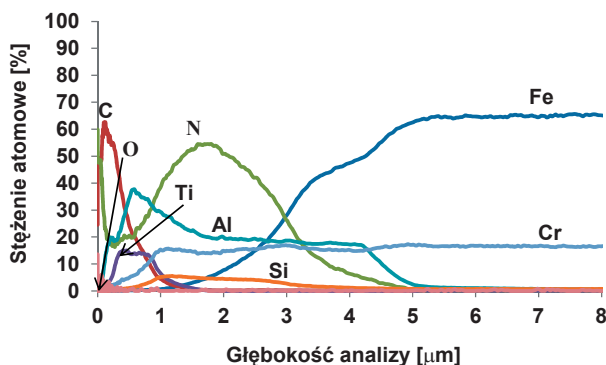
Rysunek 88. Widma XPS uzyskane z powłoki CrAlSiN+DLC z obszaru: (1) materiału podłoża, (2, 3) warstwy CrAlSiN, (4) warstwy DLC; a) Cr2p, b) Al2p, c) Si2s, d) N1s, e) C1s

W przypadku warstwy AlTiCrN widmo linii Ti2p wykazuje pojedynczy dublet przy energii wiązania 454,7 eV dla stanu $Ti2p_{3/2}$ charakterystycznego tylko dla jednego otoczenia chemicznego atomów tytanu.

Ponadto w celu pełnej identyfikacji struktury warstwy DLC wytworzonej metodą PACVD wykonano badania z wykorzystaniem spektrometru ramanowskiego (rys. 89). Spektroskopia Ramana jest bardzo użyteczną metodą w diagnozowaniu różnych faz węglowych i pozwala jednoznacznie określić udział faz węglowych na podstawie linii D i G. Monokrystaliczna faza grafitu charakteryzuje się intensywnym refleksem występującym dla przesunięcia 1580 cm^{-1} . Diament charakteryzuje się prawie 100% udziałem wiązań sp^3 i wąskim pasmem występującym przy 1332 cm^{-1} . Fazy pośrednie, takie jak DLC lub węgiel amorficzny tworzą wiązania sp^2 i reprezentowane są przez szerokie pasma D ($1345\text{-}1360\text{ cm}^{-1}$) oraz G ($1500\text{-}1580\text{ cm}^{-1}$).



Rysunek 89. Widmo Ramana powłoki niskotarciowej DLC otrzymanej metodą PACVD



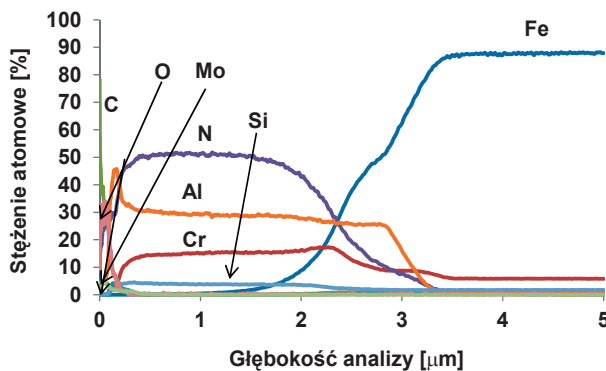
Rysunek 90. Zmiany stężenia składników powłoki CrAlSiN+DLC naniesionej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1

Otrzymane widmo ramanowskie przedstawiono jako sumę dwóch krzywych Gaussa, występujących dla wartości przesunięcia ramanowskiego równego ok. 1359 cm^{-1} (pasmo D), charakterystycznego dla wiązań typu sp^3 , tzn. dla diamentu oraz 1581 cm^{-1} (pasmo G) odpowiadającego wiązaniom typu sp^2 , tzn. grafitu. Widoczne podwójne pasmo typowe jest dla amorficznych warstw węglowych typu DLC (o przewadze wiązań typu sp^2), co potwierdza również amorficzny charakter warstwy DLC. Wartość ilorazu intensywności refleksów odpowiadających fazom diamentu i grafitu wynosiła $I_D/I_G = 1,1$.

Również badania składu chemicznego wykonane metodą wyładowania optycznego spektroskopii emisyjnej GDOES potwierdzają występowanie w wytworzonych powłokach pierwiastków chemicznych wchodzących w skład analizowanych warstw (rys. 90, 91).

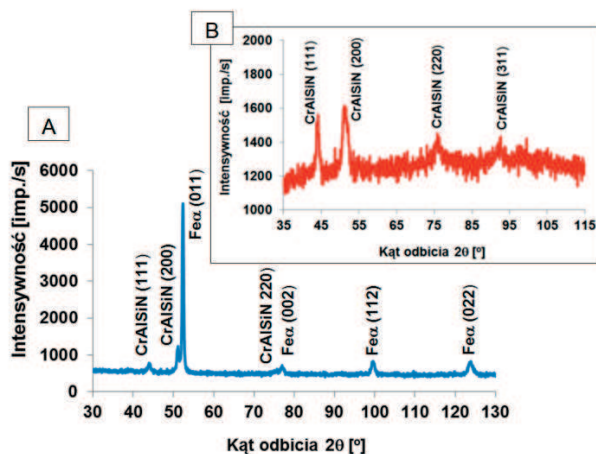
Charakter zmian w strefie połączenia, a w szczególności w strefie przejściowej powłoka/materiał podłoża, tj. zwiększenie się stężenia pierwiastków wchodzących w skład podłoża, przy równoczesnym zmniejszającym się stężeniu pierwiastków tworzących powłoki może świadczyć o istnieniu dyfuzyjnej warstwy przejściowej pomiędzy materiałem podłoża a powłoką, wpływającej na przyczepność nanoszonych powłok do podłoża.

Wyniki rentgenowskiej analizy fazowej jakościowej przeprowadzonej w geometrii Bragg-Brentano potwierdzają występowanie odpowiednich faz w badanych powłokach, jak i podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco. Na otrzymanych dyfraktogramach niektóre ze zidentyfikowanych refleksów przesunięte są w kierunku wyższych lub niższych kątów odbicia, a ich intensywność odbiega od wartości podanych w kartotekach JCPDS, co może wskazywać na

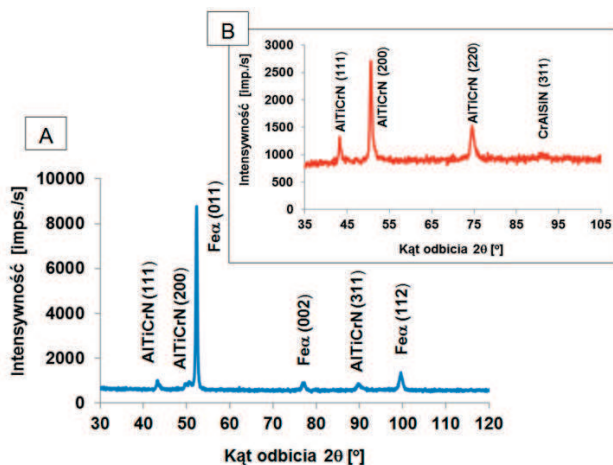


Rysunek 91. Zmiany stężenia składników powłoki $CrAlSiN+MoS_2$ naniesionej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1

występowanie tekstury bądź ściskających lub rozciągających naprężeń wewnętrznych w analizowanych warstwach [162-165]. Ze względu na nakładanie się w niektórych przypadkach refleksów materiału podłoża i powłok oraz ich intensywność, utrudniającą analizę otrzymanych wyników, dodatkowo zastosowano technikę dyfrakcji przy stałym kącie padania pierwotnej



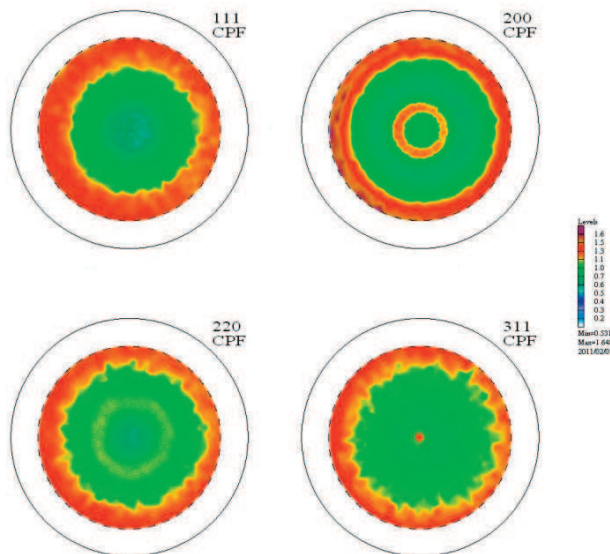
Rysunek 92. (A) Dyfraktogram rentgenowski powłoki CrAlSiN+DLC naniesionej na podłoże ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1 uzyskany metodą Bragg-Brentano oraz (B) dyfraktogram rentgenowski uzyskany w geometrii stałego kąta padania $\alpha=4^\circ$



Rysunek 93. (A) Dyfraktogram rentgenowski powłoki AlTiCrN+DLC naniesionej na podłoże ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1 uzyskany metodą Bragg-Brentano oraz (B) dyfraktogram rentgenowski uzyskany w geometrii stałego kąta padania $\alpha=3^\circ$

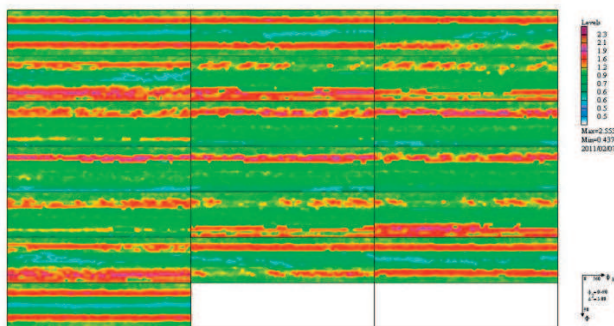
wiązki rentgenowskiej. Technika ta umożliwia otrzymanie linii dyfrakcyjnych od cienkich warstw w wyniku zwiększenia objętości materiału biorącego udział w dyfrakcji. Przy różnych kątach padania wiązki pierwotnej, dobranej doświadczalnie, indywidualnie do każdego rodzaju powłoki, zarejestrowano refleksy wyłącznie od cienkich warstw powierzchniowych (rys. 92, 93).

Analizę tekstury badanych powłok przeprowadzono metodą odbiciową. Koncentryczny rozkład intensywności figur biegunowych, zmieniających się wzdłuż promienia tych figur wskazuje na obecność składowej osiowej tekstury warstw wytworzonych techniką PVD. Obszary wzrostu intensywności na zarejestrowanych figurach odpowiadają obecności włókien $\langle 311 \rangle$, a w przypadku warstwy TiAlSiN $\langle 111 \rangle$. Obraz tekstury przykładowej warstwy uzyskanej techniką PVD przedstawiono w postaci figur biegunowych eksperymentalnych oznaczonych jako CPF (rys. 94), FRO (funkcja rozkładu orientacji) (rys. 95) oraz kompletnych figur biegunowych obliczonych z FRO oznaczonych jako RPF (rys. 96). Obliczenia udziałów objętościowych wyróżnionych składowych tekstury przeprowadzono wykorzystując ich całkowanie

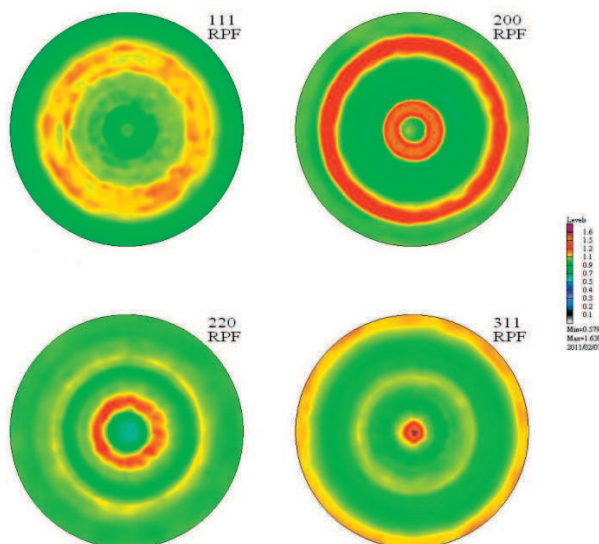


Rysunek 94. Eksperymentalne figury biegunowe (111), (200), (220) i (311) warstwy CrAlSiN wytworzonej techniką PVD na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco $X40CrMoV5-1$

w przestrzeni FRO. W obliczeniu udziałów objętościowych zidentyfikowanych składowych tekstury uwzględniono rozmycie kątowe ($\Delta\Phi$, $\Delta\phi_1$, $\Delta\phi_2$), które mieściło się w zakresie $10\div 15^\circ$. Uzyskane wyniki obliczeń udziałów zidentyfikowanej składowej przedstawiono w tabelicy 20.



Rysunek 95. Funkcja rozkładu orientacji warstwy CrAlSiN wytworzonej techniką PVD na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1 (przekrój po ϕ_2 – dla kolejnych wartości ϕ_2 : 0, 10...90°)



Rysunek 96. Figury biegunowe (111), (200), (220) i (311) warstwy CrAlSiN wytworzonej techniką PVD na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1 obliczone z FRO

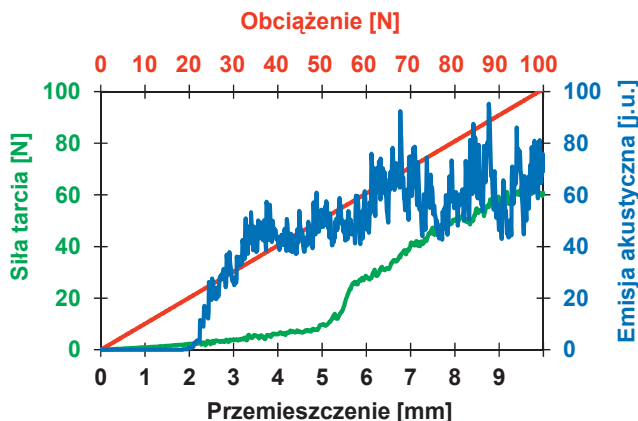
Tablica 20. Udziały objętościowe tekstury oraz wyniki pomiarów naprężeń analizowanych warstw wytworzonych techniką PVD

Typ warstwy	Tekstura	Udział objętościowy składowej w obszarach objętych dyfrakcją, %	Naprężenia, MPa	
			metoda $g\text{-sin}^2\psi$	metoda $\text{sin}^2\psi$
CrAlSiN	311	25	-3475±65	-3539±126
AlTiCrN	311	21	-1343±47	-1579±67
CrN	–	–	–	–
TiAlSiN	111	15	–	-2625±62

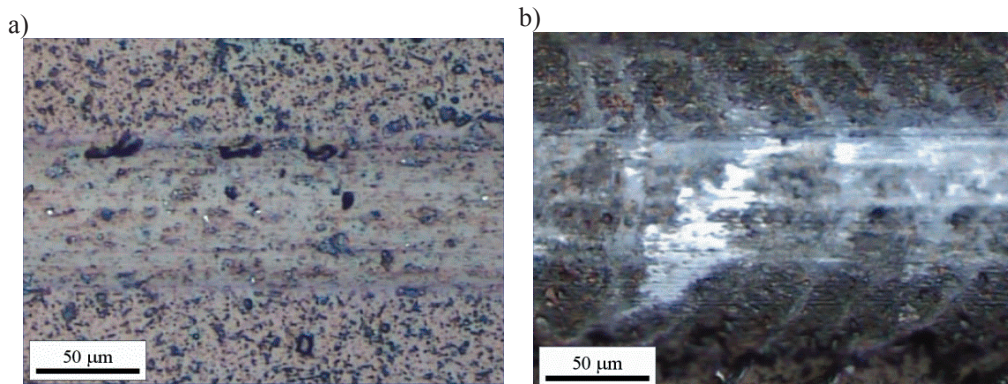
5.6. Wyniki badań własności mechanicznych powłok

Przyczepność powłoki do materiału podłoża jest jednym z kluczowych zagadnień dotyczących pokrywania narzędzi twardymi materiałami ceramicznymi. Stąd przyczepność jest jedną z najważniejszych własności powłok wytwarzanych metodami fizycznego i chemicznego osadzania z fazy gazowej [166-169]. Jeżeli jest nieodpowiednia, cała funkcjonalność pokrycia może zostać utracona. Trudno sformułować jednoznacznie definicję adhezji cienkich powłok do materiału podłoża, na którą wpływ wywierają struktura materiału, obciążenia zewnętrzne oraz aspekty środowiskowe otoczenia.

Metodą zarysowania (ang. *scratch test*) przy wzrastającym obciążeniu wyznaczono wartości obciążenia krytycznego L_{C1} oraz L_{C2} pozwalających wyznaczyć wartości siły wywołującej uszkodzenia powłoki. Obciążenie, przy którym pojawiają się pierwsze uszkodzenia powłoki określane jest w literaturze [170, 171] jako pierwsze obciążenie krytyczne L_{C1} . To uszkodzenie jest reprezentowane przez pierwszy słaby sygnał emisji akustycznej (rys. 97). Wartość pierwszego obciążenia krytycznego łączy się z uszkodzeniami kohezyjnymi związanymi z odpryskiwaniem materiału wewnątrz powłoki, jednakże bez ujawnienia (odkrycia) materiału podłoża (rys. 98a). Drugie obciążenie krytyczne L_{C2} charakteryzuje się całkowitym uszkodzeniem powłoki. To uszkodzenie traktowane jest jako punkt załamania wznoszącej się krzywej siły tarcia na wykresie (rys. 97). Punkt ten koresponduje z pierwszym kontaktem diamentowego wgłębnika z podłożem, gdy następuje rozległe odpryskiwanie powłoki (rys. 98b). Za tym punktem wykres emisji akustycznej i siły tarcia mają zakłócony przebieg. Zbiorcze zestawienie wyników badań przedstawiono w tablicy 21. Najwyższe wartości krytycznego obciążenia L_{C1} i L_{C2} wynoszą odpowiednio 36 i 76 N, a tym samym najlepszą przyczepność powłoki do podłoża uzyskano dla powłoki CrAlSiN+DLC. Pozostałe zmierzone wartości obciążenia krytycznego, świadczące o przyczepności powłoki do podłoża nie przekraczają 70 N.



Rysunek 97. Wykres zależności emisji akustycznej (AE) i siły tarcia F_t od obciążenia dla powłok CrN+DLC



Rysunek 98. Ślad zarysowania powierzchni powłoki CrN+DLC węglńnikiem diamentowym w metodzie „scratch test” przy obciążeniu krytycznym: a) L_{C1} , b) L_{C2}

Tablica 21. Zbiorcze zestawienie wyników własności mechanicznych

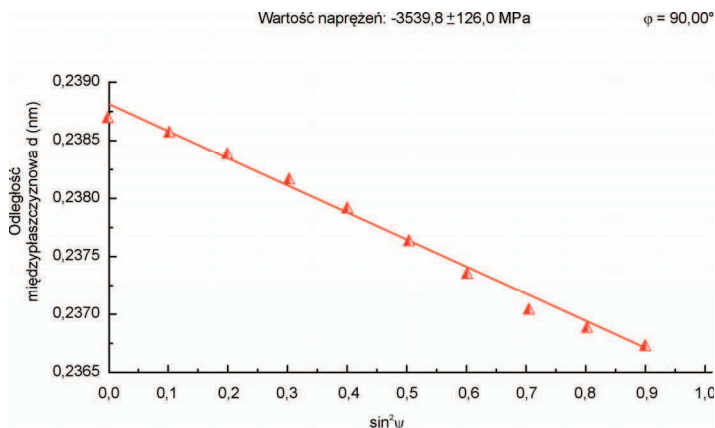
Rodzaj powłoki	Twardość HV	Obciążenie krytyczne L_{C1} , N	Obciążenie krytyczne L_{C2} , N
CrAlSiN/DLC	3846±471/1980±160	36±4	76±6
AlTiCrN/DLC	3384±359/1659±92	28±3	67±8
CrN/DLC	2442±235/1894±105	18±3	46±4
CrAlSiN/MoS ₂	3798±569/1086±63	19±2	63±2

Obciążenie krytyczne zarejestrowane podczas testu przyczepności nie zależy tylko od wytrzymałości mechanicznej (adhezja, kohezja) układu powłoka-podłoże, lecz także od różnych własności związanych z materiałem powłoki i podłoża, takich jak: twardość i chropowatość podłoża, twardość i chropowatość powłoki, grubość powłoki, współczynnik tarcia pomiędzy powłoką a wgłębnikiem, naprężenia wewnętrzne występujące w powłoce, jak również od warunków samego testu.

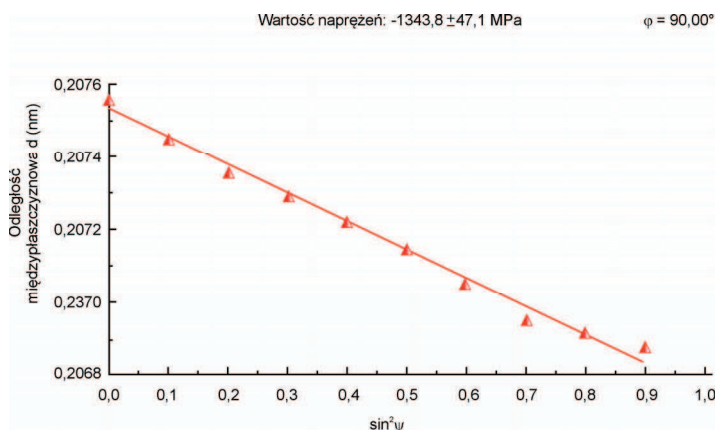
W celu ustalenia charakteru uszkodzeń utworzonych podczas testu przyczepności wykonano badania w mikroskopie skaningowym. Generalnie w większości przypadków badanych powłok pierwszymi objawami uszkodzenia są pęknięcia w kształcie łuku wywołane przez rozciąganie oraz złuszczenia występujące na dnie rysy tworzącej się podczas testu zarysowania. W nielicznych przypadkach występują drobne wykruszenia na krawędziach rysy. Wraz z narastaniem obciążenia tworzą się półokręgi związane z pękaniem konforemnym, prowadzące do rozwarstwień oraz wykruszeń, w wyniku czego następuje lokalna delaminacja powłoki.

Badania naprężeń wewnętrznych występujących w powłokach przeprowadzono metodami rentgenowskimi. Pomiaru naprężeń analizowanych warstw wykonano metodami $\sin^2\psi$ i $g\text{-}\sin^2\psi$, a uzyskane rezultaty przedstawiono w tablicy 20. Ze względu na amorficzny charakter warstw DLC oraz MoS_2 wyznaczenie wartości naprężeń było możliwe tylko w przypadku twardych warstw azotkowych. W metodzie $\sin^2\psi$ do oceny naprężeń preferowane są refleksy zarejestrowane przy wyższych wartościach kąta 2θ z uwagi na mniejszy błąd uzyskanych rezultatów, co jednak nie zawsze jest możliwe do zrealizowania w badaniach eksperymentalnych. Ocenę naprężeń metodą $\sin^2\psi$ określono na podstawie analizy przesunięcia refleksu pozbawionego oddziaływania na jego kształt i położenie pozostałych składowych badanej próbki (inne warstwy wchodzące w skład powłoki lub materiał podłoża). Położenia zarejestrowanych refleksów wyznaczone były metodą dopasowania krzywych Gaussa. Z kolei metoda $g\text{-}\sin^2\psi$ w przeciwieństwie do metody klasycznej $\sin^2\psi$ charakteryzuje się wykorzystaniem wielu linii dyfrakcyjnych od płaszczyzn $\{hkl\}$ oraz prawie stałą głębokością wnikania promieniowania rentgenowskiego w badany materiał.

„Ujemne” nachylenie prostych uzyskane w trakcie pomiarów naprężeń (rys. 99, 100) wskazują na występowanie ściskających naprężeń wewnętrznych w powłokach (rys. 99, 100).



Rysunek 99. Zmiany wartości odległości międzyplaszczynowej d refleksu (111) warstwy CrAlSiN w funkcji $\sin^2\psi$ (pomiar naprężeń metodą $\sin^2\psi$ dla różnych wartości φ ustawienia próbek względem osi goniometru)

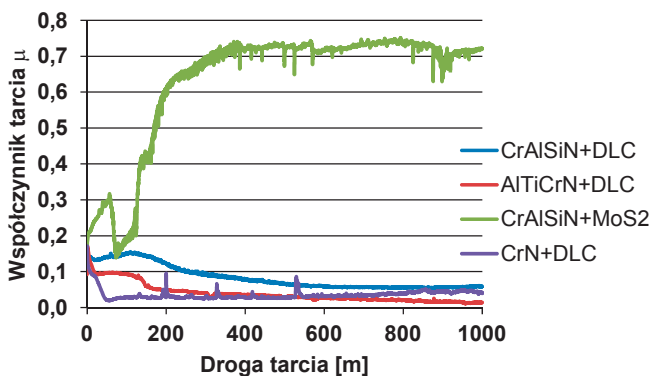


Rysunek 100. Zmiany wartości odległości międzyplaszczynowej d refleksu (200) warstwy AlTiCrN w funkcji $\sin^2\psi$ (pomiar naprężeń metodą $\sin^2\psi$ dla różnych wartości φ ustawienia próbek względem osi goniometru)

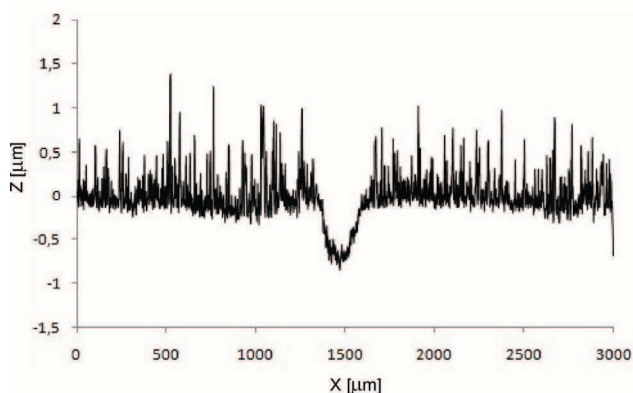
W zależności od ich wartości naprężenia wewnętrzne mogą korzystnie lub negatywnie wpływać na układ powłoka-materiał podłoża, co wiąże się bezpośrednio trwałością eksploatacyjną narzędzi pokrytych warstwami ochronnymi. Naprężenia ściskające, uzyskane w przypadku analizowanych warstw zwiększają odporność na pękanie oraz zwiększają przyczepność powłoki do podłoża. Z kolei naprężenia rozciągające przyspieszają proces niszczenia powłok podczas przyłożonego obciążenia zewnętrznego [172-174].

W celu określenia własności trybologicznych badanych powłok naniesionych na podłoże ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1 wykonano test odporności na zużycie ściernie powłok w warunkach tarcia suchego ślizgowego metodą kula-tarcza w temperaturze pokojowej. Na rysunku 101 przedstawiono wykresy zmian współczynnika tarcia suchego μ uzyskane podczas testów zużycia względem przeciwpółki z Al_2O_3 w temperaturze $20^\circ C$ dla drogi tarcia 1000 m. Prawie wszystkie krzywe tarcia dla powłok z warstwą niskotarciową DLC mają podobną charakterystykę, cechującą się początkowym stanem przejściowym mającym nieustabilizowany przebieg, w trakcie którego współczynnik tarcia zmniejsza się wraz ze wzrostem drogi tarcia aż do osiągnięcia stanu ustalonego, co następuje przeważnie po dystansie ok. 100-200 m. W warunkach tarcia technicznie suchego, po okresie docierania, zarejestrowany współczynnik tarcia dla badanych skojarzeń stabilizuje się w zakresie 0,03-0,06 w zależności od rodzaju powłoki (tabl. 22). W żadnym przypadku nie nastąpiło całkowite przetarcie powłok ponieważ maksymalne głębokości wytarcia są mniejsze od ich grubości (rys. 102). Widoczne narosty na powierzchniach wytarcia badanych próbek (rys. 103) mogą wpływać na wahania współczynnika tarcia na wykresach zarejestrowanych podczas testów zużycia.

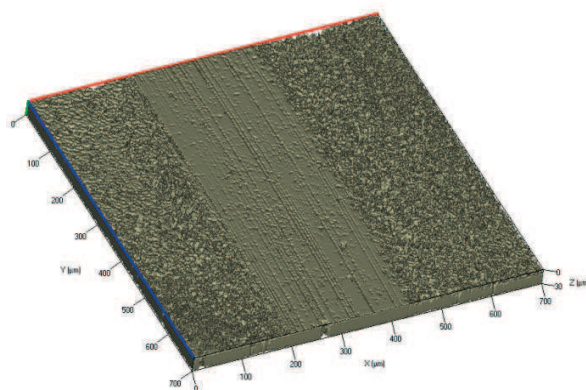
Z obserwacji śladów zużycia powłok wykonanych na mikroskopie konfokalnym można przypuszczać, że podczas tarcia następuje wzajemne przemieszczanie materiału powłoki i przeciwpółki. Wytworzone warstwy cechują się znaczną twardością (tabl. 21) i odpornością na zużycie ściernie (tabl. 22), co skutkuje wąskim i płytkim śladem zużycia we wszystkich przypadkach.



Rysunek 101. Zależność współczynnika tarcia od drogi tarcia uzyskana na podstawie badania odporności na ścieranie metodą ball-on-disk dla analizowanych powłok w temperaturze $20^\circ C$



Rysunek 102. Profilogram śladu zużycia powłoki AlTiCrN+DLC po badaniu odporności na ścieranie metodą ball-on-disk



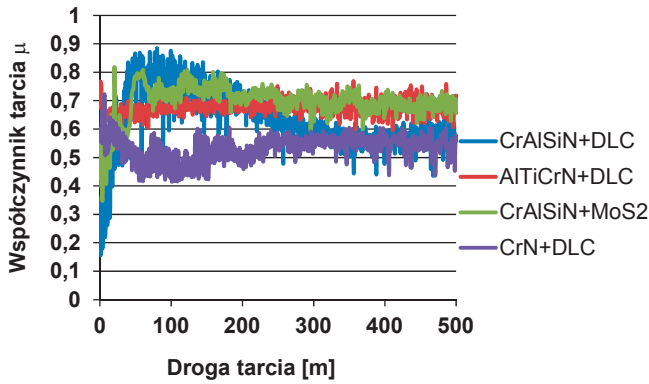
Rysunek 103. Trójwymiarowa topografia powierzchni wytarcia powłoki AlTiCrN+DLC, mikroskop konfokalny

Tablica 22. Zbiorne zestawienie wyników badań na zużycie ścierne w temperaturze 20 °C

Rodzaj powłoki	Grubość, μm	Współczynnik tarcia μ	Wskaźnik zużycia powłok k_{vc} , mm^3/Nm	Wskaźnik zużycia przeciwpróbek k_{vb} , mm^3/Nm
CrAlSiN/DLC	2,0/1,3	0,06	$4,54 \times 10^{-7}$	$9,71 \times 10^{-9}$
AlTiCrN/DLC	1,2/1,9	0,03	$3,30 \times 10^{-7}$	$4,53 \times 10^{-9}$
CrN/DLC	1,1/0,5	0,04	$1,58 \times 10^{-7}$	$6,56 \times 10^{-9}$
CrAlSiN+MoS ₂	2,0/0,3	0,15/0,72	$2,22 \times 10^{-6}$	$4,83 \times 10^{-8}$

Badane powłoki, jak i przeciwpróbki wykazują wysokie własności trybologiczne. Wartości wskaźników zużycia powłoki K_c oraz przeciwpróbki K_b odnotowano odpowiednio na poziomie rzędu 10^{-7} mm^3/Nm oraz 10^{-9} mm^3/Nm (tabl. 22). Jednakże, w przypadku powłoki $\text{CrAlSiN}+\text{MoS}_2$, gdzie występowało najwięcej narostów, zarejestrowano najwyższy współczynnik tarcia μ oraz najbardziej intensywne zużycie przeciwpróbki. Dla powłok $\text{AlTiCrN}+\text{DLC}$, $\text{CrAlSiN}+\text{DLC}$ i $\text{CrN}+\text{DLC}$ współczynnik tarcia μ oraz wartości wskaźników K_c oraz K_b są odpowiednio niższe, co świadczy o ich wysokiej odporności na zużycie ściernie.

Na rysunku 104 przedstawiono wykresy zmian współczynnika tarcia suchego μ uzyskane podczas testów zużycia względem przeciwpróbki z Al_2O_3 w temperaturze 400°C dla drogi tarcia 500 m, przy obciążeniu 5 N. Najniższą wartość wskaźników zużycia powłoki K_c oraz przeciwpróbki K_b (tabl. 23) odnotowano dla powłoki $\text{CrN}+\text{DLC}$, co potwierdza jej wysoką odporność na zużycie w podwyższonej temperaturze i odpowiada wynikom badań eksploatacyjnych przeprowadzonych w temperaturze 400°C .



Rysunek 104. Zależność współczynnika tarcia od drogi tarcia uzyskana na podstawie badania odporności na ścieranie metodą ball-on-disk dla analizowanych powłok w temperaturze 400°C

Tablica 23. Zbiorcze zestawienie wyników badań na zużycie ściernie w temperaturze 400°C

Rodzaj powłoki	Współczynnik tarcia μ	Wskaźnik zużycia powłok k_{vc} , mm^3/Nm	Wskaźnik zużycia przeciwpróbek k_{vb} , mm^3/Nm
$\text{CrAlSiN}/\text{DLC}$	0,56	$4,70 \times 10^{-6}$	$2,73 \times 10^{-7}$
$\text{AlTiCrN}/\text{DLC}$	0,67	$8,69 \times 10^{-6}$	$6,60 \times 10^{-7}$
CrN/DLC	0,54	$4,35 \times 10^{-6}$	$2,46 \times 10^{-7}$
$\text{CrAlSiN}+\text{MoS}_2$	0,69	$1,88 \times 10^{-5}$	$3,96 \times 10^{-7}$

5.7. Analiza fraktalna i multifraktalna

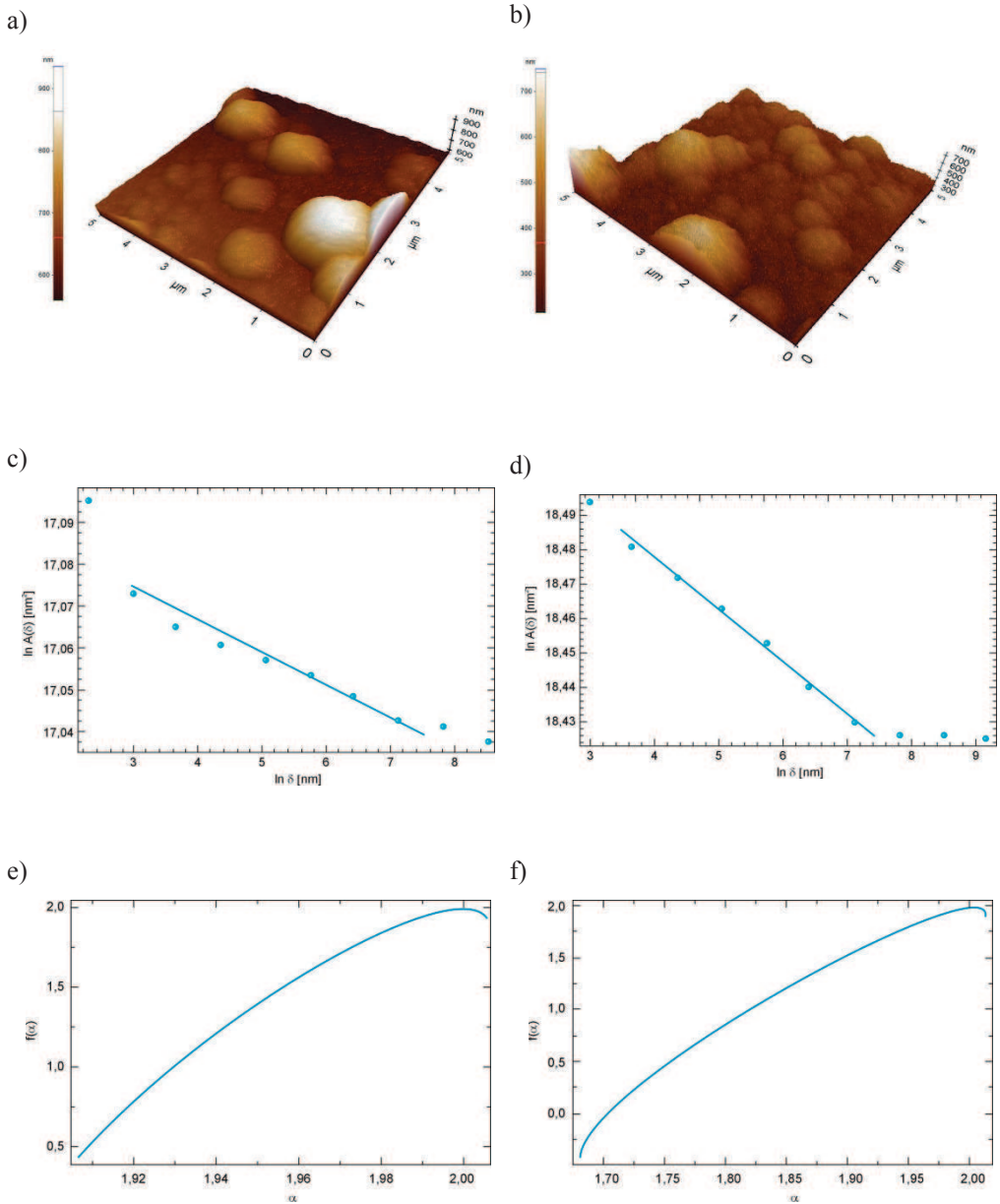
Powłoki wytwarzane metodami fizycznego i chemicznego osadzania z fazy gazowej wykazują liczne cechy fizyczne zdeterminowane ich składem chemicznym i strukturą [175]. Wykazują także szczególne cechy geometryczne, z których opisem wiążą się pojęcia morfologii, topografii i kształtu powierzchni. Analiza prac [176-178] wskazuje na ścisłe związki pomiędzy morfologią powierzchni powłok a techniką ich wytwarzania i własnościami. Określenie ich jest niezwykle ważne, ponieważ morfologia powierzchni ma istotny wpływ na takie własności powłok jak twardość, chropowatość, współczynnik tarcia oraz odporność na zużycie [179, 180]. Współczesne metody badawcze pozwalają na określenie zależności pomiędzy własnościami użytkowymi a wymiarem fraktalnym struktury i topografii powłok [181, 182].

W niniejszym opracowaniu do wyznaczenia wymiaru fraktalnego powierzchni badanych powłok zastosowano zmodyfikowaną metodę rzutowego pokrycia (PCM) opracowaną przez W. Kwaśnego [183]. Analizę fraktalną i multifraktalną powłok przeprowadzono na podstawie rezultatów uzyskanych przy użyciu mikroskopu sił atomowych (rys. 105a-b). Wstępne pomiary wykonano w zakresach skanowania wynoszących 2, 5 i 10 μm . Ze względu na możliwość porównywania rezultatów uzyskanych dla wszystkich powłok, odpowiedni zakres skanowania wynosi jednak 5 μm .

Na podstawie przeprowadzonych analiz można stwierdzić, że wszystkie rozpatrywane powłoki wykazują fraktalny charakter powierzchni, o czym świadczą liniowe, w określonych zakresach, wykresy bilogarytmiczne wykorzystane do wyznaczenia wymiaru fraktalnego D_s (rys. 105c-d). Największą wartość wymiaru fraktalnego $D_s=2,024$ wykazuje powłoka $\text{CrAlSiN}+\text{MoS}_2$, z kolei najmniejszą wartość ($D_s=2,006$) zanotowano dla powłoki $\text{CrN}+\text{DLC}$.

Wyższe wartości wymiaru fraktalnego mogą świadczyć o bardziej nieregularnej, rozwiniętej powierzchni związanej z występowaniem większej liczby gęściej upakowanych kolumn zwiększających twardość powłok. Uzyskane rezultaty mają ścisły związek z kształtem analizowanych powierzchni powłok i są zgodne z wcześniejszymi doniesieniami literaturowymi [183].

Zbiornicze zestawienie uzyskanych wyników oraz wartości parametru chropowatości R_a badanych powłok przedstawiono w tabelicy 24.



Rysunek 105. a, b) Obraz topografii powierzchni powłoki naniesionej na podłożu ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1 (AFM, 5 μm), c, d) bilogarytmiczna zależność aproksymowanej wartości pola analizowanej powierzchni od wielkości boku siatki użytej do jej wyznaczenia, e, f) widmo multifraktalne analizowanej powierzchni dla powłoki, odpowiednio dla powłoki AlTiCrN+DLC oraz CrAlSiN+MoS₂

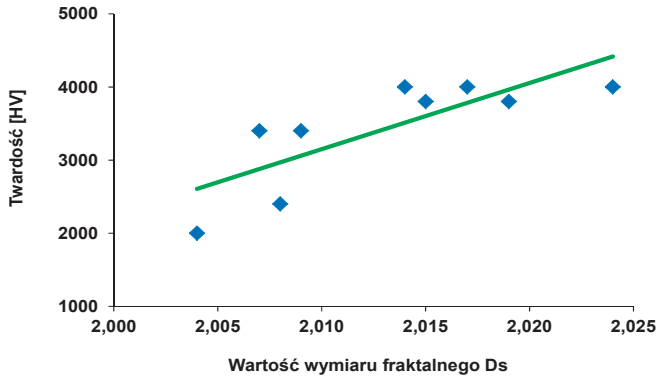
Tablica 24. Wyniki analizy fraktalnej i multifraktalnej oraz wartości R_a powłok naniesionych na podłoże ze stali narzędziowej do pracy na gorąco X40CrMoV5-1

Typ powłoki	R_a	D_s	α_{\min}	α_{\max}	$\Delta\alpha$
CrN	23	2,008	1,7884	2,0074	0,2190
CrN+DLC	8	2,006	1,8592	2,0035	0,1443
AlTiCrN	17	2,007	1,8211	2,0050	0,1838
AlTiCrN+DLC	46	2,009	1,8890	2,0061	0,1171
CrAlSiN	52	2,017	1,6289	2,0122	0,3833
CrAlSiN+DLC	56	2,014	1,6818	2,0088	0,3269
CrAlSiN+MoS ₂	100	2,024	1,7548	2,0268	0,2720
TiAlSiN	25	2,015	1,6708	2,0145	0,3437
TiAlSiN+DLC	31	2,019	1,7875	2,0164	0,2289

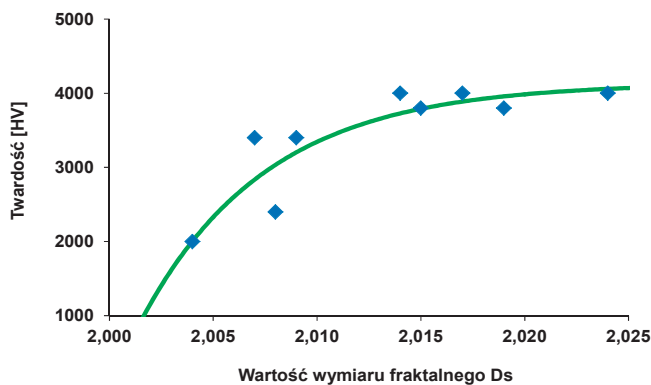
Analizując kształt widma multifraktalnego można wnioskować o jednorodności badanych powierzchni. Dla jednorodnych powierzchni wartości wymiaru w poszczególnych fragmentach zmieniają się w niewielkim zakresie, co widoczne jest w postaci wąskiego widma opisywanego przez niską wartość parametru $\Delta\alpha$ (rys. 105e). W przypadku powierzchni, której topografia jest niejednorodna, wartości wymiaru w poszczególnych fragmentach są zróżnicowane, co objawia się szerokim zakresem widma $\Delta\alpha$ (rys. 105f).

Wyniki przeprowadzonych analiz wskazują, że istnieje korelacja pomiędzy twardością a wartością wymiaru fraktalnego opisywana zależnością analityczną $y=90476x-178706$. Zależność pomiaru mikrotwardości i wartości wymiaru fraktalnego badanych powłok, przedstawiono na rysunku 106.

Wykonane analizy statystyczne wykazały dodatnią korelację liniową (współczynnik korelacji $r=0,794$) pomiędzy wartością wymiaru fraktalnego i twardością. W celu oceny istotności współczynnika korelacji, obliczono wartość empirycznej statystyki testowej $t=3,463$, którą następnie porównano z wartością krytyczną $t_{\text{kryt}}=2,365$ (odczytaną z tablicy rozkładu t-Studenta dla poziomu istotności $\alpha_{\text{stat}}=0,05$). Ponieważ $t > t_{\text{kryt}}$, oceniany współczynnik korelacji uznano za istotny.



Rysunek 106. Zależność liniowa uzyskanych wartości wymiaru fraktalnego i twardości badanych powłok



Rysunek 107. Zależność wykładnicza uzyskanych wartości wymiaru fraktalnego i twardości badanych powłok

Uzyskana zależność twardości od wartości wymiaru fraktalnego bardziej precyzyjnie opisywana jest zależnością wykładniczą $y = -0,01121 \exp(-164,73x + 342,27) + 4137,66$. Wzrost wartości wymiaru fraktalnego wpływa na wzrost twardości analizowanych powłok, jednak po przekroczeniu wartości $D_s = 2,010$ obserwuje się wysycenie, a twardość utrzymuje się na stałym poziomie (rys. 107). W tym przypadku pomiędzy wartością wymiaru fraktalnego i twardością stwierdzono dodatnią korelację (współczynnik korelacji $r = 0,886$, wartość empirycznej statystyki testowej $t = 30,962$, wartość krytyczna $t_{kryt} = 1,969$).

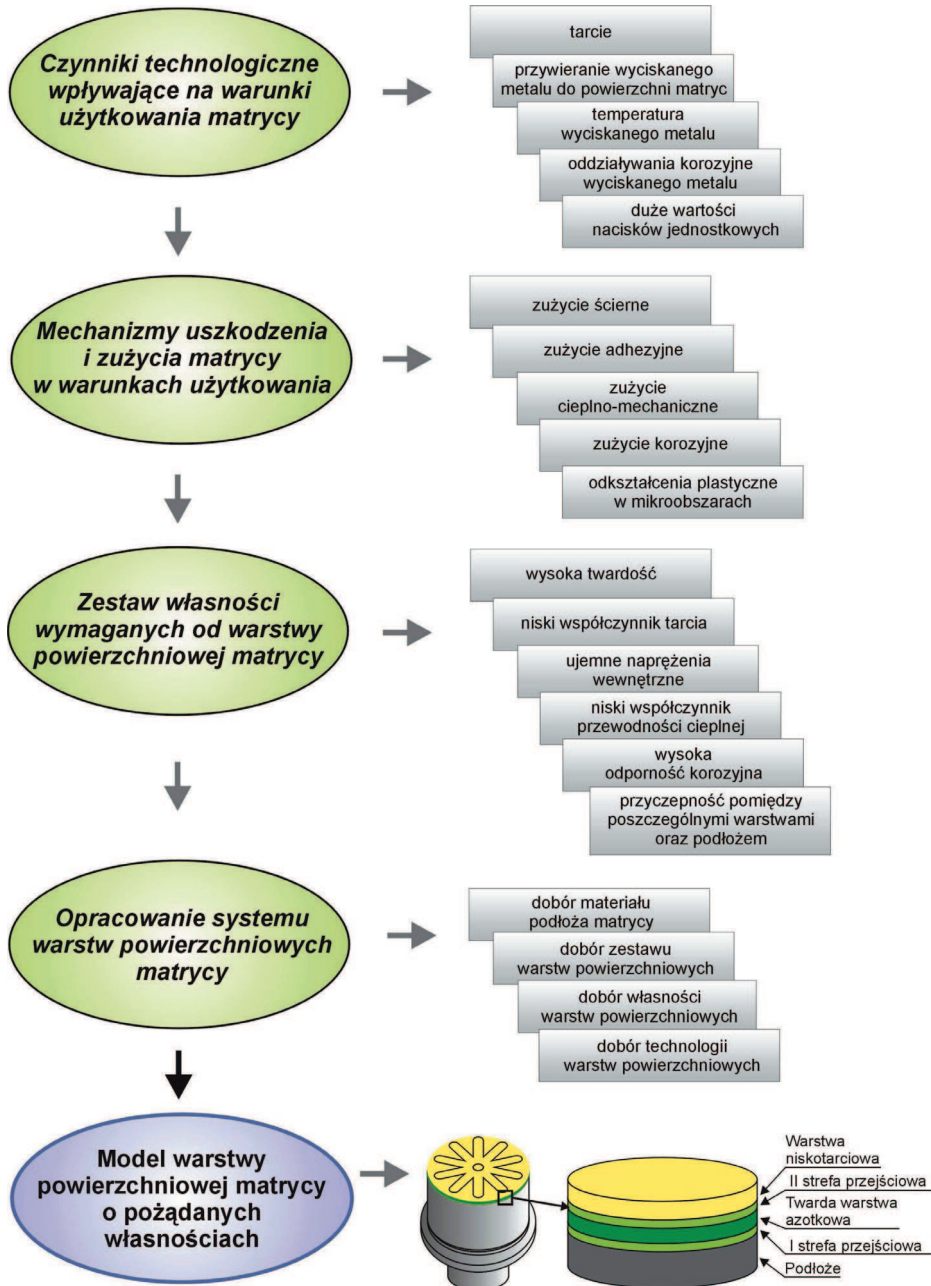
5.8. Projektowanie warstw wierzchnich

Analiza uzyskanych wyników badań wykazała, że skuteczność twardych warstw nanokrystalicznych z cienką warstwą niskotarciową w zwiększaniu trwałości matryc do plastycznego kształtowania metali nieżelaznych z uwzględnieniem specyfiki wyciskania z rewersyjnie skręcaną matrycą (KOB0) ze względu na ekstremalnie trudne warunki pracy znacząco zależy od własności jej elementów składowych. Wymagane jest odpowiednie ukształtowanie struktury i własności powłok hybrydowych składających się z nanokrystalicznej warstwy azotkowej wytworzonej techniką PVD, warstwy niskotarciowej wytworzonej techniką CVD, jak również stref przejściowych między rdzeniem a powłoką oraz pomiędzy poszczególnymi warstwami wytworzonymi na powierzchniach roboczych matrycy (rys. 75-82). W celu opracowania kryteriów umożliwiających optymalizację własności badanych warstw konieczna jest dokładna analiza czynników technologicznych występujących podczas użytkowania matryc oraz poznanie mechanizmów zużycia w trakcie wyciskania.

Odpowiednie kształtowanie struktury i własności powłok przeciwzużyciowych wymaga zarówno optymalizacji ich warunków wytwarzania, jak również własności materiałowych [24]. Wysoka twardość, odpowiedni stań naprężeń oraz możliwie najniższy współczynnik tarcia decydują o rzeczywistym zwiększeniu jakości różnych systemów powłok [97, 109, 183]. Z kolei niski współczynnik przewodności cieplnej powłok wytwarzanych techniką fizycznego osadzania z fazy gazowej ogranicza wpływ temperatury na materiał narzędzia [17].

Zwiększanie trwałości matryc w wyniku efektywnego działania powłoki (systemu warstw) jest możliwe jedynie do momentu zachowania przez nią wymaganej spójności i odpowiedniej przyczepności do podłoża matrycy z udziałem dyfuzji, jak i adhezji [199]. Stąd bardzo duże znaczenia mają własności strefy przejściowej między rdzeniem a powłoką, jak również pomiędzy poszczególnymi warstwami. Większa przyczepność powłoki do materiału podłoża wpływa na większą odporność na zużycie trybologiczne.

Jak stwierdzono już w pracy [144], bardzo istotnym jest przyjęcie właściwego trybu postępowania w celu odpowiedniego projektowania i doboru sytemu warstw, co w konsekwencji powoduje zwiększanie trwałości matryc do plastycznego kształtowania metali nieżelaznych w warunkach pracy oraz poprawę jakości i własności wytrzymałościowych wyciskanych produktów, zgodnie z założeniami schematycznie przedstawionymi na rys. 14. Schemat trybu postępowania w celu zaprojektowania powłok na narzędziach do wyciskania z rewersyjnie skręcaną matrycą przedstawiono na rys. 108.



Rysunek 108. Schemat trybu postępowania w celu zaprojektowania twardych nanokrystalicznych powłok z niskotarciową warstwą zewnętrzną na matrycach do wyciskania